Bundesministerium für Bildung und Forschung

WACHSTUMSKERNE UNTERNEHMEN REGION Die BMBF-Innovationsinitiative Neue Länder

THALE PM

Fraunhofer IFAM

Abschlussbericht

Zum Wachstumskern Thale PM

Verbundprojekt 3: Neue MIM-Werkstoffe

Teilprojekt 4: Entwicklung neuer über das MIM-Verfahren verarbeitbarer heißgaskorrosionsbeständiger Werkstoffe

Förderkennzeichen:	**03WKBO03D**
Laufzeit:	**01.11.2008 – 31.10.2011**
Projektbearbeitung:	**Burghardt Klöden, Hans-Dietrich Böhm, Volkmar Schlegel, Ulrike Jehring**

Dresden, den 03.04.2012

Prof. Dr.-Ing. Bernd Kieback
Leiter Fraunhofer IFAM Dresden

Dr. rer. nat. Burghardt Klöden
Projektleiter

Inhalt

1	**Kurzdarstellung**		**3**
	1.1	Aufgabenstellung	3
	1.2	Voraussetzungen, unter denen das Projekt durchgeführt wurde	4
	1.3	Planung und Ablauf des Vorhabens	4
	1.4	Anknüpfung an den wissenschaftlich/technischen Stand	7
	1.5	Zusammenarbeit mit anderen Stellen	8
2	**Eingehende Darstellung**		**9**
	2.1	Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses im Einzelnen, mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele	9
	2.1.1	Literaturrecherche	9
	2.1.2	Konventionelle Werkstoffe	10
	2.1.3	Modifizierte und neue Werkstoffe	21
	2.1.4	Demonstrator	46
	2.2	Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises	46
	2.3	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	47
	2.4	Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans	47
	2.5	Bekannt gewordener Fortschritts auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen	48
	2.6	Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses	48
3	**Erfolgskontrollbericht**		**48**
	3.1	Beitrag des Ergebnisses zu den förderpolitischen Zielen	48
	3.2	Wissenschaftlich-technische Ergebnis des Vorhabens, die erreichten Nebenergebnisse und die gesammelten wesentlichen Erfahrungen	49
	3.3	Fortschreibung des Verwertungsplans	50
	3.3.1	Erfindungen/Schutzrechtsanmeldungen	50
	3.3.2	Wirtschaftliche Erfolgsaussichten nach Projektende	50
	3.3.3	Wissenschaftliche und/oder technische Erfolgsaussichten nach Projektende	50
	3.3.4	Wissenschaftliche und wirtschaftliche Anschlussfähigkeit	50
	3.3.5	Arbeiten, die zu keiner Lösung geführt haben	51
	3.3.6	Präsentationsmöglichkeiten für mögliche Nutzer	51
	3.3.7	Einhaltung der Ausgaben- und Zeitplanung	51
4	**Kurzfassung**		**52**
	4.1	Derzeitiger Stand von Wissenschaft und Technik	52
	4.2	Begründung/Zielsetzung der Untersuchung	52
	4.3	Methode	53
	4.4	Ergebnis	53
	4.5	Schlussfolgerung / Anwendungsmöglichkeit	53

5 Literatur 54

6 Tabellenverzeichnis 56

7 Abbildungsverzeichnis 57

1 Kurzdarstellung

1.1 Aufgabenstellung

Das potentielle Marktvolumen und das Interesse der Kunden an Produkten, die endformnah über das MIM-Verfahren gefertigte Teile für heißgaskorrosionsbeständige Anwendungen zum Einsatz bringen möchten, wachsen ständig. Die Vorteile, die das MIM-Verfahren gerade bei hochlegierten Werkstoffen bietet, sind u.a.:
- seigerungs- und lunkerfreie Mikrostruktur der Werkstoffe
- höhere Formkomplexität darstellbar
- endformnahe Fertigung komplexer Geometrien (größere Genauigkeit als Konkurrenzverfahren wie z.B. Feinguss, geringere Bearbeitungsaufmaße)

Aufbauend auf den Erfahrungen beim Einsatz der aktuellen MIM-Serienteile sind für den Markt zukünftig insbesondere Anwendungen im Einsatzbereich oberhalb 850°C bis 1100°C von Interesse. Das betrifft konkret Teile für Turbolader für Benzinmotoren und Triebwerkskomponenten im entsprechenden höheren Temperaturbereich. Diese Werkstoffklasse war jedoch dem MIM-Verfahren vorenthalten.
Zwar gibt es eine Reihe von Materialien, die für den Einsatz unter hohen Temperaturen (größer 850°C) und korrosiven Medien (z.B. Abgas von Verbrennungsmotoren) entwickelt wurden. Die Heißgaskorrosionsbeständigkeit dieser Werkstoffe wird i.a. durch Legierungselemente erzielt, die auf der Bauteiloberfläche fest haftende Oxidschichten erzeugen sowie durch Bildung temperaturbeständiger Karbide eine hinreichende Festigkeit der Werkstoffmatrix erzeugen. [3,4] Insbesondere die Oxidschichten verhindern jedoch die Werkstoffherstellung über das MIM-Verfahren, da sie den Sinter-vorgang zwischen den Partikeln be- oder vollständig verhindern.
Um den Herausforderungen des Marktes Rechnung zu tragen, soll das am Standort Thale genutzte MIM-Verfahren weiterentwickelt und die über diese Technologie verarbeitbare Werkstoffpalette, insbesondere im Bereich der heißgaskorrosionsbeständigen Materialien, erweitert werden.

Konkret haben sich die Partner im Verbundvorhaben „Neue MIM-Werkstoffe“ innerhalb des Wachstumskerns „Thale PM“ folgende Ziele gesetzt:
- Entwicklung von heißgaskorrosionsbeständigen Werkstoffen im Temperaturbereich bis 1100°C
- Prozesssichere Verarbeitung dieser Werkstoffe zu endformnahen, komplexen Bauteilen über das MIM-Verfahren (pulvermetallurgisches Spritzgießen)
- Erweiterung der Formgebungsmöglichkeiten und Erhöhung der Prozesssicherheit im MIM-Verfahren

Parallel dazu sind verfahrenstechnische Fragen wie z.B. die Verarbeitung von Metallpulvern, die über preiswertere Fertigungstechnologien hergestellt wur-

den, die Senkung des Werkzeugverschleißes oder Erweiterung der Formgebungsmöglichkeiten einer Klärung zuzuführen.

1.2 Voraussetzungen, unter denen das Projekt durchgeführt wurde

Der Institutsteil Dresden des Fraunhofer–Institutes für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung entwickelt neue Sinter- und Verbundwerkstoffe sowie innovative pulvermetallurgische Technologien. Es existiert eine fast 40-jährige Erfahrung auf den Gebieten der gesamten Pulvertechnik (vornehmlich-metallische Pulver). Das Leistungsangebot reicht von Prüfungs-Dienstleistungen durch das akkreditierte Labor über die Verfahrensentwicklung bis hin zur Konstruktion und Fertigung prototypischer Bauteile. Die Kompetenz des IFAM wird durch viele Verbundprojekte (EU-Projekte, BMBF-Projekte, Förderung durch Sachsen), bei denen in den meisten Fällen das IFAM die Projektleitung besessen hat, auf den Fachgebieten der Pulvermetallurgie sowie über auf der Pulvermetallurgie basierende Verbundwerkstoffe untermauert.
Die für die angestrebten Temperaturbereiche geeigneten Werkstoffklassen waren vor dem Beginn des Projektes bekannt. Die Herstellung und Charakterisierung dieser Werkstoffe war für das IFAM ein neuer Entwicklungsbereich.

1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Tabelle 1 zeigt die Übersicht des geplanten Projektablaufs sowie den geplanten Aufwand für die vom IFAM zu bearbeitenden Teilschritte. Am IFAM wurden vier Teilaspekte bearbeitet:

- Untersuchung konventioneller Hochtemperaturwerkstoffe (AP 1.1)

- Untersuchung und Herstellung modifizierter und neuer Hochtemperaturwerkstoffe (AP 1.2)

- Untersuchung der Oxidationsbeständigkeit an Laborproben und einem Demonstrator (AP 1.3, 3.6)

In Tabelle 2 sind alle Arbeitsschritte innerhalb der Teilaspekte, an deren Bearbeitung das IFAM beteiligt war, zusammengefasst. Die direkt am IFAM bearbeiteten Aufgaben sind durch die Angabe des geplanten Arbeitsaufwandes gekennzeichnet.

In AP 1.1 sollten kommerziell erhältliche Werkstoffe ausgewählt, hergestellt und auf ihre Eigenschaften getestet werden. In AP 1.2 sollten basierend auf AP 1.1 Modifikationen an diesen Werkstoffen vorgenommen werden und für den MIM-Prozess neue Werkstoffe entwickelt werden. In AP 1.3 sollte das Oxidationsverhalten als Nährung für eine oxidative Atmosphäre (z.B. Abgas eines Ottomotors) untersucht werden. AP 3.6 hatte zum Ziel, die Übertragbarkeit der Erkenntnisse auf ein Demonstratorbauteil zu verifizieren.

Die im Projekt geplanten Arbeiten wurden nahezu vollständig durchgeführt. Lediglich die vollständige Charakterisierung des ODS-FeCrAl Werkstoffs konnte

aufgrund der sehr aufwendigen Wärmebehandlung nicht vollständig durchgeführt werden. Aufgrund der stark verspäteten Lieferung der Demonstratoren wurden die Arbeiten an den Turbinenrädern in einem geringeren Umfang als ursprünglich geplant durchgeführt.

Zusätzlich zu den geplanten Aufgaben wurde innerhalb von AP 1.1 & 1.2 in Verknüpfung mit Projekt 6 „Ofentechnologie“ mittels der FTIR-Technologie geeignete Entbinderungsregimes für die ausgewählten Werkstoffe festgelegt.

Arbeitspaket	Thema
1.	**Werkstoffentwicklung**
1.1	Modifizierung konventioneller Hochtemperaturwerkstoffe
1.2	Entwicklung neuer heißgaskorrosionsbeständiger Hochtemperaturwerkstoffe
1.3	Passivierung von Hochtemperaturwerkstoffen
2.	**Verfahrensentwicklung**
2.1	Einsatz alternativer Metallpulver
2.2	Entwicklung/Modifizierung von Bindersystemen
2.3	Erweiterung der Formgebungsmöglichkeiten des MIM-Verfahrens
2.4	Verringerung des Werkzeugverschleißes bei der spritzgießtechnischen Verarbeitung von MIM-Feedstocks
3.	**Erprobung und Verifizierung der Ergebnisse an einem Demonstrator**
3.1	Auswahl Demonstrator
3.2	Konstruktion und Bau Demonstratorwerkzeug
3.3	Beschichtung und Wärmebehandlung von Werkzeugelementen
3.4	Herstellung von Demonstratoren über das MIM-Verfahren (ggf. bis zu drei Werkstoffvarianten)
3.5	Heißgaskorrosionstests
3.6	Charakterisierung der Demonstratoren und Auswertung
4.	**Auswertung und Zusammenstellung der Ergebnisse**

Tabelle 1: geplanter Projektablauf

Arbeits-paket	Thema	Aufwand in Mannmonaten
1.	**Werkstoffentwicklung**	
1.1	***Modifizierung konventioneller Hochtemperaturwerkstoffe***	
1.1.1	Literatur- und Patentrecherche	2 WM1
1.1.2	Erarbeitung Werkstoffkonzepte	1,5 WM1
1.1.3	Beschaffung Musterpulver (3)	
1.1.4	Herstellung von MIM-Braunteilen	
1.1.5	Sinterversuche an entbinderten MIM-Teilen	1 WM1 1 G 3 T1 1 T2
1.1.6	Evaluierung der Sinterparameter	3 WM1 1 G 2,5 T3
1.1.7	Festlegung Werkstoffrangliste	1 WM1
1.2	***Entwicklung neuer heißgaskorrosionsbeständiger Hochtemperatur-werkstoffe***	
1.2.1	Literatur- und Patentrecherche	
1.2.2	Erarbeitung Werkstoffkonzepte	1,5 WM1
1.2.3	Beschaffung Musterpulver (3)	
1.2.4	Herstellung von MIM-Braunteilen	
1.2.5	Sinterversuche an entbinderten MIM-Teilen	1,5 WM1 1,2 G 2,5 T1 1,5 T2
1.2.6	Evaluierung der Sinterparameter	3,5 WM1 1 G 2,5 T3
1.2.7	Festlegung Werkstoffrangliste	1,5 WM1
1.3	***Passivierung von Hochtemperaturwerkstoffen***	
1.3.1	Erarbeitung Werkstoffkonzepte	
1.3.2	Herstellung MIM-Proben	
1.3.3	Testreihen zur Vor-Oxidation konventioneller HT-Werkstoffe	2,5 WM2 1 G 2 T1 0,5 T2
1.3.4	Testreihen zur Vor-Oxidation neuer HT-Werkstoffe	2,5 WM2 1 G 1,8 T1 1,2 T2
1.3.5	Hochtemperatur-Oxidationstests passivierter Proben	2,4 WM2 1 T1 2,5 T2
1.3.6	Charakterisierung der durch Voroxidation erzeugten Schichten	3 WM2 2 T3
1.3.7	Testreihen zur Passivierung über Beschichtungstechnologien	
1.3.8	Charakterisierung der über Beschichtungstechnologien aufgebrachten Schichten	

1.3.9	Festlegung Werkstoff- und Verfahrensrangliste	2 WM2
3.	**Erprobung und Verifizierung der Ergebnisse an einem Demonstrator**	
3.1	***Auswahl Demonstrator***	
3.2	***Konstruktion und Bau Demonstratorwerkzeug***	
3.3	***Beschichtung und Wärmebehandlung von Werkzeugelementen***	
3.4	***Herstellung von Demonstratoren über das MIM-Verfahren (ggf. bis zu drei Werkstoffvarianten)***	
3.5	***Heißgaskorrosionstests***	
3.6	***Charakterisierung der Demonstratoren und Auswertung***	2,1 WM1 1,6 WM2 0,5 G 2 T2 1 T3
4.	Auswertung und Zusammenstellung der Ergebnisse	1,5 WM1

Tabelle 2: Arbeitspakete IFAM

Für das hier bearbeitete Teilprojekt sind folgende globale Meilensteine des Wachstumskerns relevant:

1. Validierung der Laborphase (01.10.2008)
2. Validierung der Technologie (01.10.2010)
3. Validierung Demonstrator (01.04.2011)

1.4 Anknüpfung an den wissenschaftlich/technischen Stand

Hochtemperaturbeständige Werkstoffe sind Gegenstand intensiver Forschung und Entwicklung, da die Bauteilanfordungen einem stetigen Anstieg in Bezug auf die Einsatztemperaturen unterworfen sind.
Hochtemperaturbeständige metallische Werkstoffe erzielen ihre Eigenschaften durch die Zugabe bestimmter Legierungselemente (z.B. Cr, Al, Si), welche bei hohen Temperaturen eine Schutzschicht gegen korrosive Angriffe bieten sowie durch weitere Elemente, die sowohl intermetallische Verbindungen als auch Karbide bilden, welche auch bei hohen Temperaturen für eine ausreichende mechanische Stabilität sorgen. Beispielhaft seien folgende Werkstoffklassen genannt:

Hochtemperatur-Stähle: Diese Werkstoffe enthalten eine Kombination aus Cr + Al + Si bzw. Cr + Si. Dabei liegen die Legierungsgehalte in folgenden Bereichen (Angaben in Masseprozent): Si (<0.25 – 3), Cr (6 - 30), Al (0.15 – 1.2). Die Maximaltemperatur für die Oxidationsbeständigkeit liegt bei ca. 1150°C (z.B. Werkstoff-Nr. 1.4841). [1] Die Festigkeitssteigerung wird vor allem durch die Karbidbildung erreicht. Allerdings muss der Kohlenstoffgehalt gering gehalten werden, da bspw. Chrom eine hohe Affinität zur Karbidbildung besitzt. Für diese Stähle liegt der C-Gehalt bei maximal 0.2%. Für höhere C-Gehalte enthält der Stahl Beigaben von Niob und Titan, welche eine höhere Affinität haben als Chrom.

Nickel-Basis-Superlegierungen: Auch hier wird die Korrosionsbeständigkeit bei hohen Temperaturen durch Cr und Al erreicht. [2] Die (im Vergleich zu Stahl verbesserte) mechanische Stabilität bei hohen Temperaturen (insbesondere die Kriech- und Ermüdungsfestigkeit) wird durch die Härtung mittels intermetallischer Phasen erreicht (so genannte β- (bspw. NiAl) und γ'- (bspw. Ni_3Al) Phasen). [3] Unter Handelsnamen wie Inconel, Hastalloy oder Nicrofer finden diese Werkstoffe in Hochtemperaturanwendungen wie Turbinen oder der chemischen Industrie Verwendung. Die Oxidationsbeständigkeit reicht bis zu Einsatztemperaturen bis 1200°C (z.B. Werkstoff-Nr. 24633 – Nicrofer 6025) bzw. sogar 1300°C (z.B. Werkstoff-Nr. 24646 – Haynes 214).

Eisen-Basis-Legierungen: Bei diesen Werkstoffen ist im Vergleich zu den Ni-Basis-Superlegierungen der Al-Gehalt erhöht, so dass die Korrosionsbeständigkeit noch einmal auf 1300°C (z.B. Incoloy MA956) [4] bis zu 1400°C (z.B. Kanthal APM) [5] verbessert wird. Die Hochtemperaturfestigkeit wird durch Beigabe von bis zu ca. 1 Masseprozent an meist oxidischen Dispersoiden (z.B. Y_2O_3) erreicht. Handelsnamen sind u.a. Incoloy, Fecraloy oder Kanthal.

Intermetallische Verbindungen: Legierungen wie NiAl, TiAl oder $MoSi_2$ zeichnen sich ähnlich wie die Ni- und Fe-Basis Legierungen durch einen sehr hohen Schmelzpunkt aus. Darüber hinaus sind speziell die Aluminide durch eine vergleichsweise geringe Dichte gekennzeichnet. Durch die hohen Gehalte an Al bzw. Si können die entsprechenden Schutzschichten gebildet werden. Problematisch ist bei den intermetallischen Verbindungen jedoch, dass sie bei niedrigen bis mittleren Temperaturen ausgesprochen spröde und damit nur sehr eingeschränkt verarbeitbar sind. [6] Weiterhin kommt es in bestimmten Temperaturbereichen zur Bildung ungewünschter Oxide bzw. zu interner Oxidation, da die entsprechende Schutzschicht nicht schnell genug gebildet wird. [7, 8] Anwendung findet heute vor allem $MoSi_2$ (bspw. unter dem Handelsnamen Kanthal SUPER) als Heizleiter für Hochtemperaturöfen.

1.5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Das Projekt wurde in enger Verzahnung mit weiteren Partnern des Wachstumskerns durchgeführt. Seitens Schunk Sintermetalltechnik GmbH wurden in den AP2 1.1 & 1.2 sowohl Braunproben als auch im späteren Projektverlauf gesinterte MIM-Zugstäbe und Demonstratoren geliefert. In Zusammenarbeit mit HEAT wurden Parameter für die Wärmebehandlung der Werkstoffe festgelegt. In Zusammenarbeit mit Verbundprojekt 7 gab es mit dem WTZ Roßlau Besprechungen zur Durchführung von Korrosionsversuchen an gesinterten Proben.

2 Eingehende Darstellung

2.1 Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses im Einzelnen, mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele

2.1.1 Literaturrecherche

In Tabelle 3 sind Klassen von Hochtemperaturwerkstoffen für verschiedene Anwendungstemperaturen zusammengefasst [10]. Es ist zu erkennen, dass für T = 800 – 1050°C vor allem Ni-Basis-Superlegierungen und ferritische ODS-Legierungen (ODS = oxiddispersionsverstärkt, z.B. Y_2O_3 oder Al_2O_3) in Frage kommen. In [9] wird ein Überblick über den Stand der Technik zur Thematik der Herstellung von Ni-Basis-Superlegierungen über MIM gegeben. Weiterhin werden eigene Ergebnisse präsentiert. Es ist ersichtlich, dass bis zum Beginn des Projektes nur sehr wenige Untersuchungen durchgeführt wurden. Zur Werkstoffklasse der ferritischen ODS-Legierungen auf FeCrAl-Basis gibt es keine Veröffentlichungen, die eine Fertigung über MIM zum Thema haben.

Temperatur [°C]	Werkstoffklasse
800 – 1000	• hitzebeständige ferritische Stähle bei sehr geringer mechanischer Belastung • hochlegierte austenitische Stähle bei mäßiger mechanischer Belastung • Co-Basislegierungen; im oberen Bereich dieser Temperaturspanne nur bei geringer mechanischer Belastung • Ni-Basislegierungen; Knetlegierungen im oberen Bereich dieser Temperaturspanne nur bei geringer mechanischer Belastung; Gusslegierungen im oberen Bereich dieser Temperaturspanne oft mit gerichtet erstarrten, anisotropen Gefügen für ausreichende TF- und Kriechbeständigkeit
1000 – 1100	• hitzebeständige FeCrAl-Stähle mit Al_2O_3-Deckschichtbildung bei vernachlässigbarer mechanischer Belastung • ferritische ODS-Legierungen auf FeCrAl-Basis (hitzebeständig und hochwarmfest) • Ni-Basis-Superlegierungen mit Al_2O_3-Deckschichtbildung; für ausreichende TF-Beständigkeit und Kriechfestigkeit mit gerichtet erstarrten, anisotropen Gefügen • Ni-Basis-ODS-Legierungen • NiAl-Basislegierungen • monolithische Keramiken und Verbundwerkstoffe
1100 – 1300	• hitzebeständige Stähle mit Al_2O_3-Deckschichtbildung, wie zuvor; teilweise werden sie auch bis zu noch etwas höheren Temperaturen eingesetzt • ferritische ODS-Legierungen, wie zuvor • refraktäre Legierungen in inerter Atmosphäre • Pt-Legierungen bei hohen Korrosionsanforderungen • $MoSi_2$; problematisch: Zähigkeit, Bearbeitbarkeit • monolithische Keramiken und Verbundwerkstorfe

Tabelle 3: Klassen von Hochtemperaturwerkstoffen, geordnet nach Anwendungstemperatur [10]

2.1.2 Konventionelle Werkstoffe

2.1.2.1 Werkstoffauswahl

Der Fokus lag auf den Ni-Basis-Superlegierungen. Diese sollten hochtemperaturfest sein, d.h. über Ausscheidungshärtung verfügen. Daneben sollte durch einen ausreichend hohen Al-Gehalt die Korrosionsbeständigkeit sichergestellt werden. Damit ist eine bevorzugte oder alleinige Herstellung über Pulvermetallurgie verbunden. Es wurden nach Rücksprache mit SST zwei Ni-Basis-Werkstoffe ausgewählt: Inconel 713C (IN713C) und Udimet 720 (U720). Inconel 713C [11] ist ausscheidungsgehärtet und besitzt neben Inconel 100 [12] den höchsten Al-Gehalt nicht-einkristalliner Werkstoffe. Herstellungswege sind z.B. Feinguss [13] oder pulvermetallurgisch. Hauptsächliche Anwendungsgebiete sind in der Automobilindustrie als Turbinenrad im Turbolader [14, 15] oder in Turbinenschaufeln [16]. Udimet 720 ist ein ausscheidungsgehärteter Ni-Cr-Co Werkstoff [17]. Herstellungswege sind entweder schmelzmetallurgisch (Guss- oder Knetlegierung) oder pulvermetallurgisch [18]. Das hauptsächliche Anwendungsgebiet liegt in der Luftfahrt als Scheibenwerkstoff sowie für Turbinenschaufeln [19].

Die Zusammensetzungen beider Werkstoffe sind in Tabelle 4 aufgeführt.

	Ni	Cr	Al	Co	Mo	Ti	W	Nb
U720	bal.	18	2,5	15	3	5	1,25	
IN713C	bal.	12,5	6,1		4,2	0,8		2

Tabelle 4: Zusammensetzung von Inconel 713C und Udimet720 (Hauptelemente, alle Angaben in Masseprozent)

Zur Optimierung der Hochtemperaturfestigkeit kann nach der Herstellung eine zusätzliche Wärmebehandlung angeschlossen werden. Dabei werden in einem erstem Schritt (sog. Lösungsglühen) die γ'-Ausscheidungen in der Matrix gelöst. Durch eine Raschabkühlung bleiben sie zwangsgelöst. Im nachfolgenden Auslagerungsschritt werden die Ausscheidungen neu gebildet. Idealerweise haben sie eine geringe Größe und sind homogen im Gefüge verteilt. Für U720 existieren Vorschriften für diese Wärmebehandlung. Für IN713 ist jedoch kein Regime bekannt.

2.1.2.2 Wärmebehandlung

An von SST gelieferten Braunproben in Form von MPA-Zugstäben (gesinterte Proben siehe Abbildung 1), die aus kommerziell erhältlichen Pulvern gefertigt sind, wurden Entbinderungs- und Sinterversuche durchgeführt. Ziel war das Erreichen einer möglichst hohen Sinterdichte. Als Sinteratmosphäre wurde Hochvakuum gewählt, um eine Reaktion speziell vom Chrom und Aluminium mit Verunreinigungen der Atmosphäre zu minimieren. Die besten optischen Ergebnisse zum Entbindern (keine Verfärbung, oberflächliche Oxidation) wurden mit folgenden Parametern erreicht: 1000°C, 1h, H2. Die finalen Sinterparameter und erreichten Sinterdichten sind in Tabelle 5 zusammengefasst. Dabei wurde eine sehr gute Reproduzierbarkeit der Werte auch für größere Probenserien (bis 50 Proben) erreicht.

Werkstoff	Temperatur [°C]	Haltezeit [h]	Atmosphäre	Sinterdichte [%]
IN713C	1265	3	HV	95,2 – 96,7
U720	1230	2	HV	96,7 – 98,6

Tabelle 5: Sinterparameter für Ni-Basis MIM-Werkstoffe (HV = Hochvakuum)

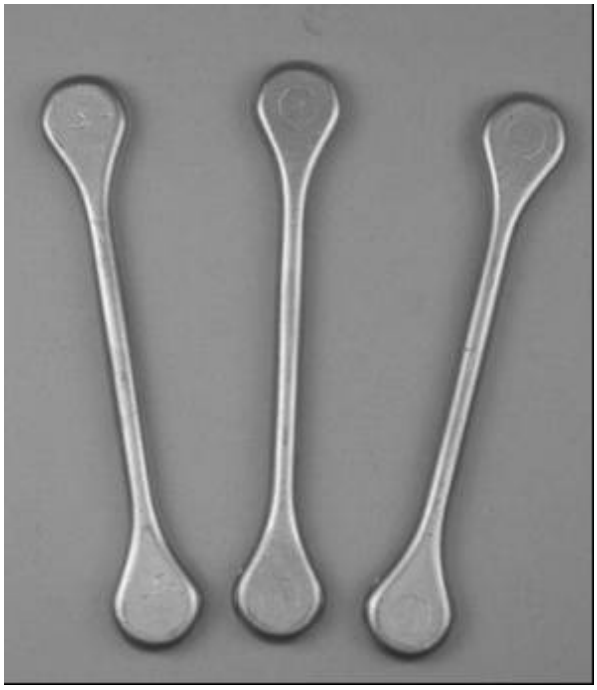


Abbildung 1: gesinterte MPA-Zugstäbe (Legierung IN713C)

2.1.2.3 Charakterisierung

Mikrostruktur

Von gesinterten MIM-Zugstäben wurden aus den Mittelstücken der Stäbe Proben für Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop (REM) entnommen. Es wurden mittels rückgestreuten Elektronen Übersichtsbilder angefertigt. Um insbesondere die γ'-Ausscheidungen sichtbar zu machen, wurden die Proben wie folgt geätzt

- IN713C: V2A-Beize (200ml dest. Wasser, 200ml Salzsäure 32%, 20ml Salpetersäure 65%, 0,6ml Vogel'sche Sparbeize), 30-60s bei 60°C

- U720: Kalling-Lösung (100ml Ethanol 96%, 100ml Salzsäure 32%, 5g Kupfer-II-chlorid), 30-60s bei Raumtemperatur

Weiterhin wurde mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) die Verteilung bestimmter Elemente aufgenommen.

Die Charakteristika für IN713C sind in Abbildung 2 (Übersichtsbild) und Abbildung 3 (Elementverteilung) zu sehen. Die Mikrostruktur ist dreiphasig: blockige Bereiche sind die γ'-Ausscheidungen. Dazwischen ist heller die γ-Matrix zu erkennen. Zusätzlich sind weiße Bereiche zu sehen. Hierbei handelt es sich um Karbide. Aus der Elementverteilung ist ersichtlich, dass die Karbide vor allem Nb- und Mo-basiert sind.

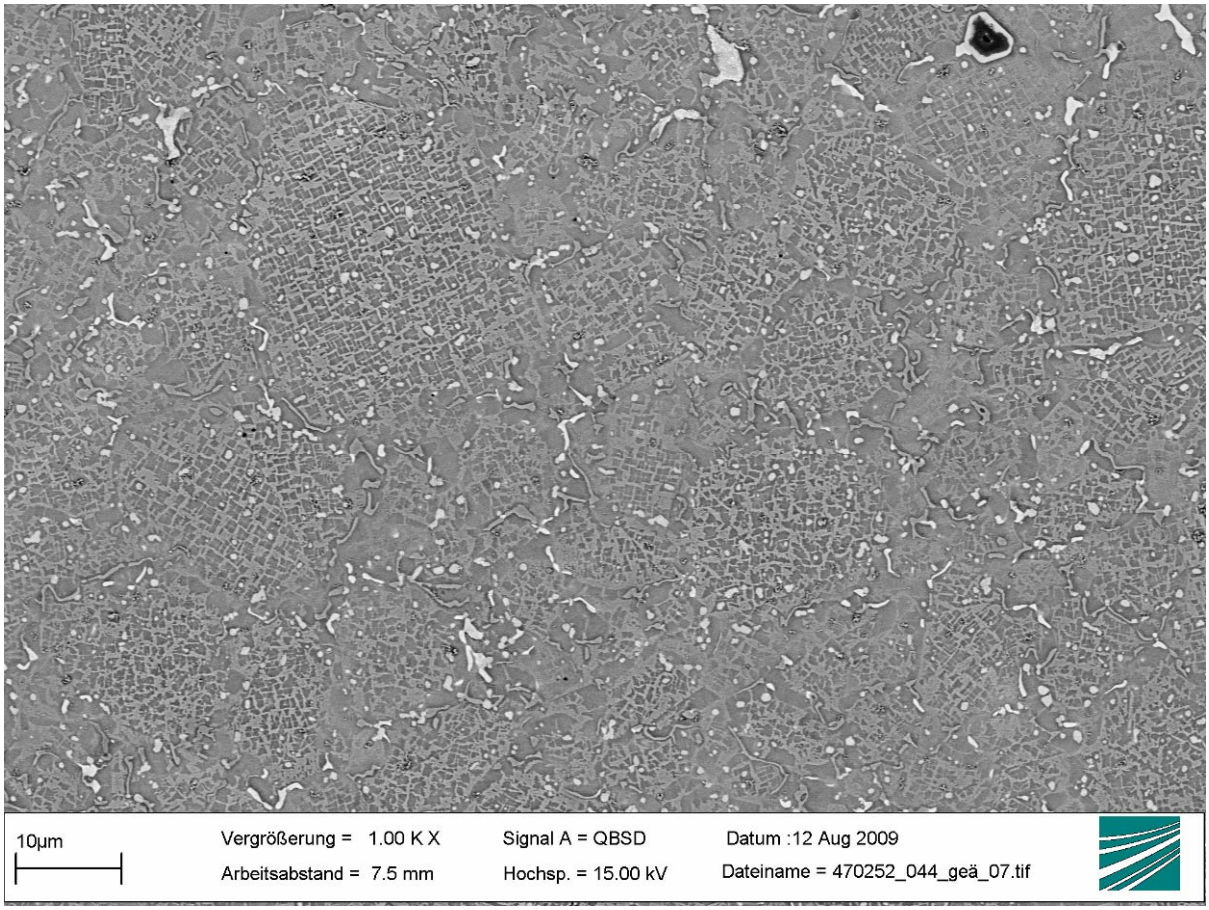


Abbildung 2: REM-Aufnahme von IN713C

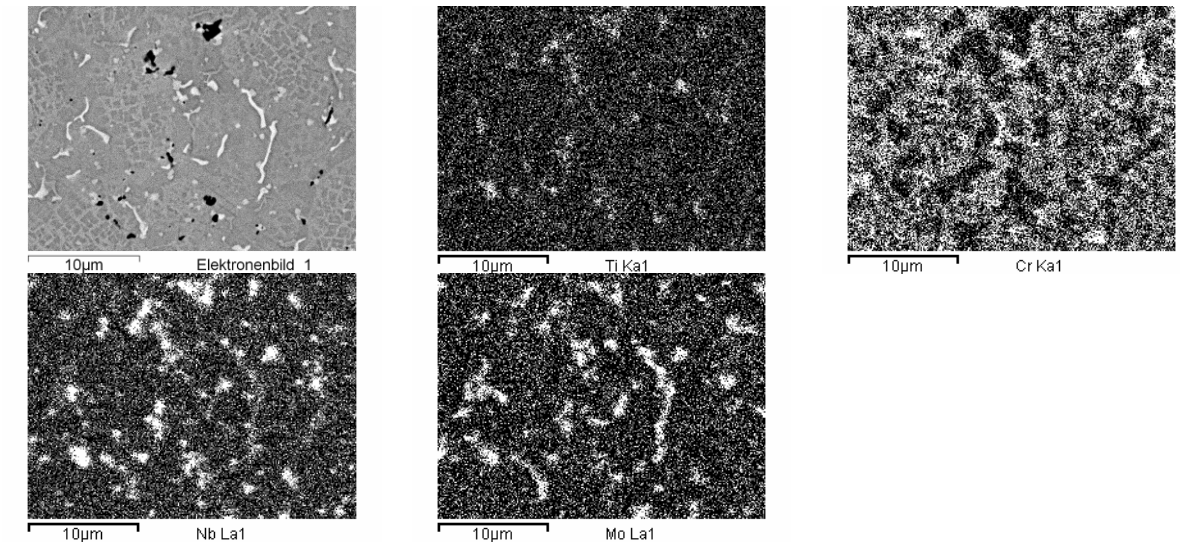


Abbildung 3: Elementverteilung IN713C

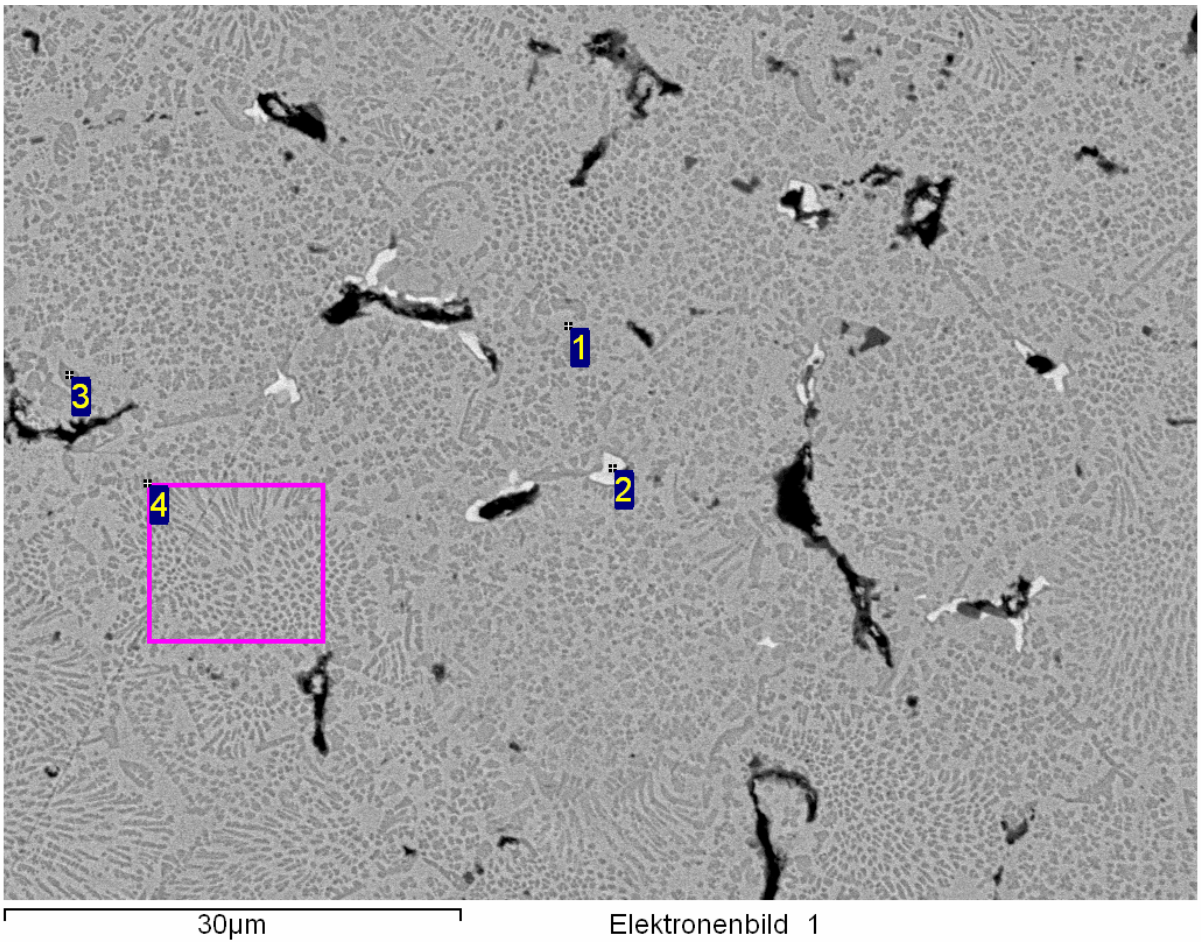


Abbildung 4: Mikrostruktur U720

Die mikrostrukturellen Eigenschaften von U720 werden anhand des Übersichtsbildes (Abbildung 4) und der Elementverteilung (Abbildung 5) zusammengefasst. Analog zu IN713 werden blockige dunkle Bereiche (γ'-Ausscheidungen) und dazwischen liegende helle Bereiche (γ-Matrix) nachgewiesen. Aufgrund der im Vergleich zu IN713 geringeren Dichte sind einige Poren zu erkennen. Jedoch sind auch weiße Bereiche (Karbide) nachgewiesen worden, die im Fall von U720 vor allem Ti- und Mo-basiert sind.

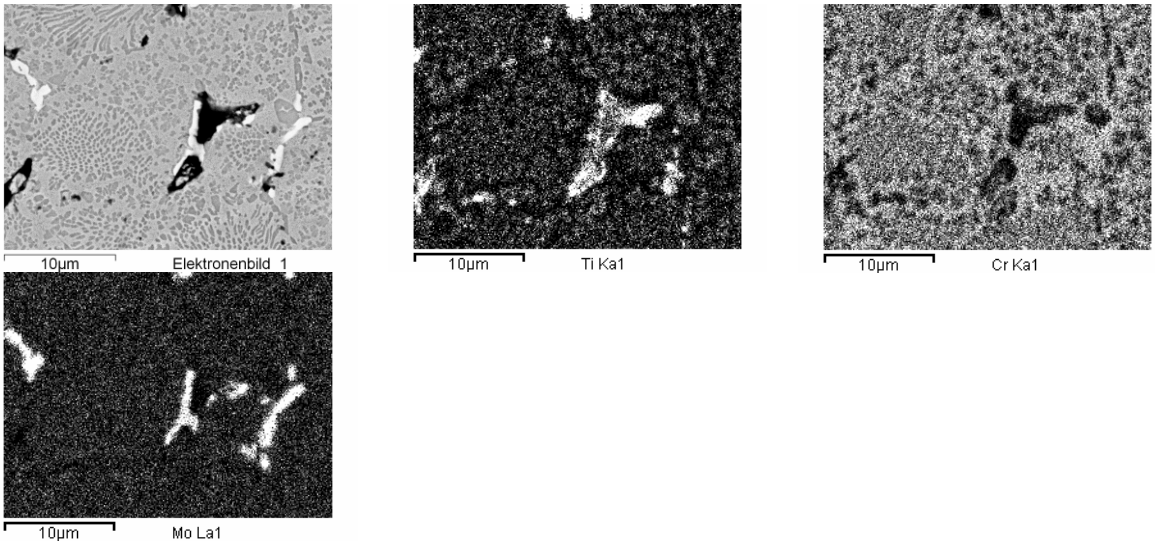


Abbildung 5: Elementverteilung U720

Verunreinigungen

Speziell die Elemente Kohlenstoff (C), Stickstoff (N) und Sauerstoff (O) können die Materialeigenschaften signifikant ändern. Insbesondere die Bildung ungewollter Karbide und/oder Oxide hat Auswirkungen auf Hochtemperatureigenschaften wie z.B. die Festigkeit.

Werkstoff	**C (%)**	**N (%)**	**O (%)**	**Bemerkungen**
Inconel 713C	0,32	0,02	0,25	C = 0.17% , N = 0.02%, O = 0.04% [9]
Udimet 720	0,09	0,002	0,26	C = 0.01 – 0.04 % [19] C = 0.02% [20] C = 0.04% [21]

Tabelle 6: Verunreinigungsgehalte IN713 & U720

Die Zusammenfassung der gemessenen CNO-Werte ist in Tabelle 6 angegeben. Im Vergleich zu den Referenzwerten sind insbesondere signifikant erhöhte Kohlenstoff- und Sauerstoffwerte nachgewiesen worden.

Hochtemperatureigenschaften – mechanischer Test

Es wurden von beiden Werkstoffen Probenserien in den üblichen Auslieferungszuständen hergestellt. Dazu wurden nach dem Sintern weitergehende Prozessschritte (siehe Tabelle 7) durchgeführt. Aus den Zugstäben wurden für

die Hochtemperaturprüfung geeignete Proben hergestellt (Abbildung 6). Die mechanische Prüfung erfolgte bei Raumtemperatur sowie bei erhöhter Temperatur (IN713: 650, 800, 900, 1000°C ; U720: 650, 800, 900°C). Der Ofen wurde mit einer Heizrate von 15K/min auf die Zieltemperatur aufgeheizt. Danach schloss sich eine Haltezeit von 60 Minuten an, um eine homogene Temperaturverteilung innerhalb der Zugprobe zu gewährleisten. Der Zugversuch erfolgte mit einer Geschwindigkeit von 0,05 / min und wurde bei 80% der Maximalkraft abgebrochen.

Werkstoff	**HIP**	**Wärmebehandlung**
Inconel 713C	1200°C, 100 MPa, 4h	---
Udimet 720	1130°C, 140 MPa, 4h	Lösungsglühen: 1100°C, 1h Auslagern: 650°C, 24h + 760°C, 16h

Tabelle 7: zusätzliche Prozessschritte nach dem Sintern und deren Prozessparameter (HIP = heißisostatisches Pressen, kapsellos)

Abbildung 6: Hochtemperatur-Zugprobe vor Test (links) und nach Test bei 900°C (rechts) (Werkstoff IN713C)

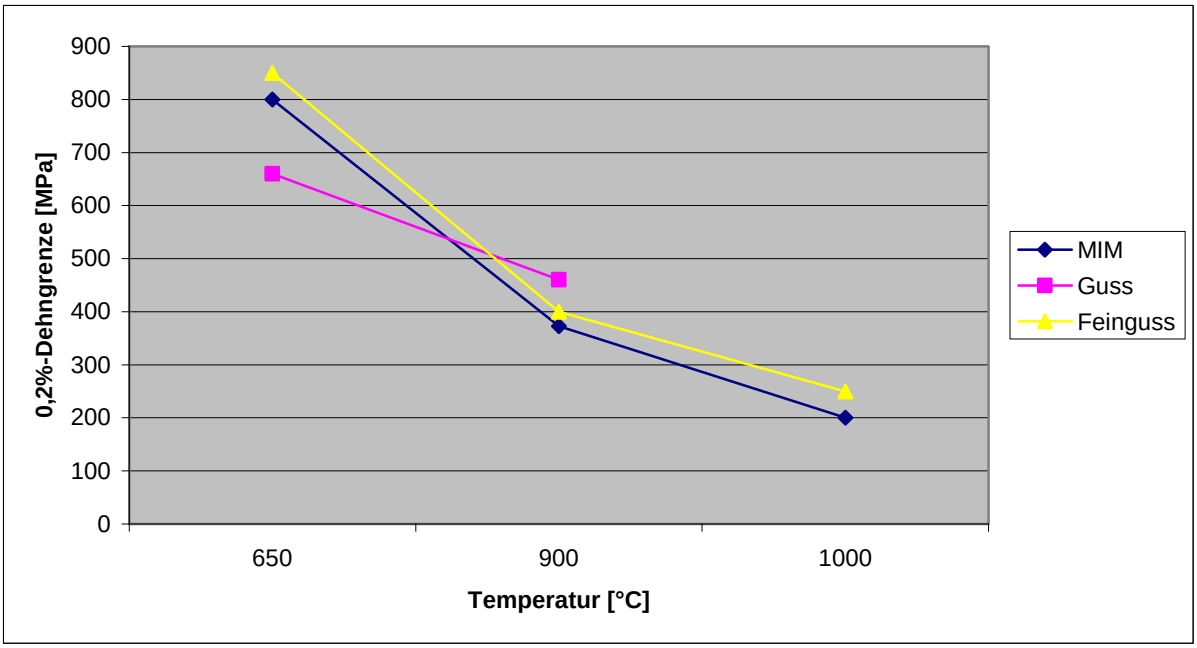


Abbildung 7: mechanische Eigenschaften IN713C (Dehngrenze $R_{p0.2}$ im Zugversuch)

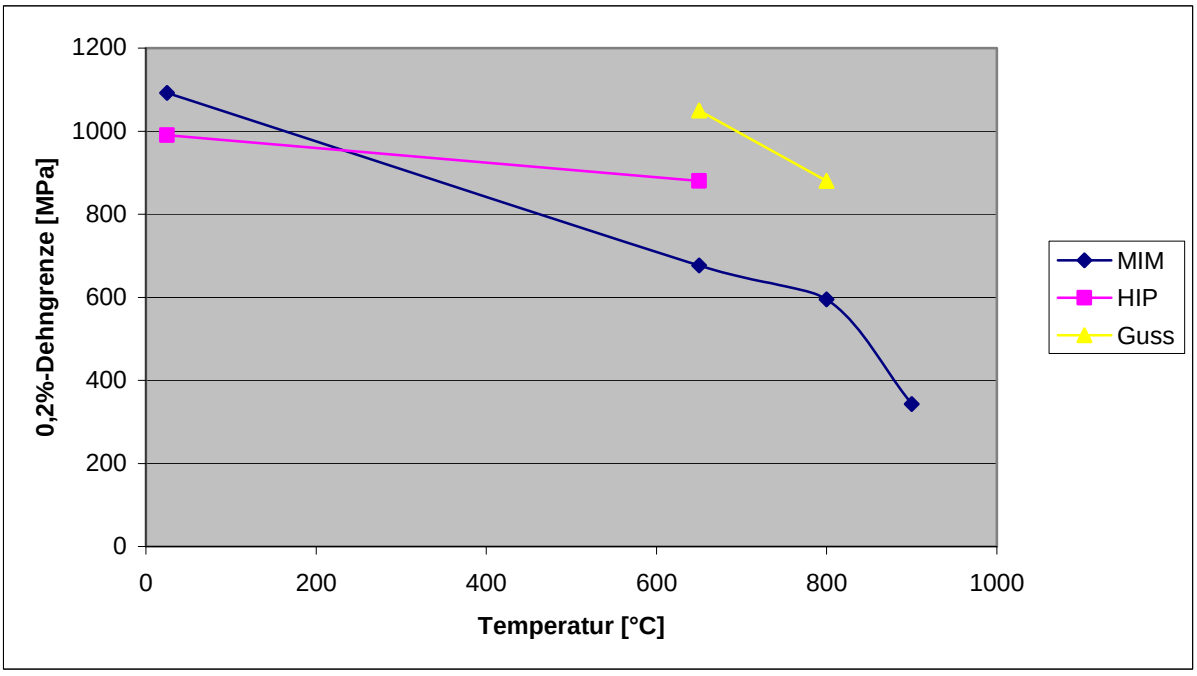


Abbildung 8: mechanische Eigenschaften U720 (Dehngrenze $R_{p0.2}$ im Zugversuch)

Die Ergebnisse des Zugversuchs sind in Form der Dehngrenze $R_{p0.2}$ in Abbildung 7 (IN713C) und Abbildung 8 (U720) zusammengefasst. Zusätzlich zu den eigenen Ergebnissen sind Werte für andere Herstellungsrouten zum Vergleich eingetragen. Für IN713C ist zu erkennen, dass die Dehngrenzen für den MIM-Werkstoff vergleichbar zu denen des Gusses / Feingusses sind. U720 anderer-

seits zeigt bei erhöhter Temperatur durchgängig niedrigere Werte als HIP / Guss.

Hochtemperatureigenschaften – Oxidation

Die Konzentration der Versuche lag auf IN713C. Zuerst wurden Kurzzeitversuche bei verschiedenen Temperaturen und Atmosphären durchgeführt. Das Ziel war zu untersuchen, welche Art Oxidschicht sich bildet. Es ist bekannt, dass sich bei Ni-Basis-Superlegierungen bei Oxidation an Luft abhängig von der Temperatur verschiedene Metalloxide bilden können. Deswegen wurde eine zweite Atmosphäre unter reduziertem Sauerstoff-Partialdruck gewählt (feuchter Wasserstoff), unter der eine selektive Oxidation nur von Al zunehmend favorisiert wird. Nach der Oxidation wurde die Analyse mittels EDX gemacht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 9 (Oxidation an Luft) und Abbildung 10 (Oxidation unter reduziertem Sauerstoff-Partialdruck) zu sehen. Da die ersten Versuche an nur gesinterten Proben durchgeführt wurden, ist am Rand noch Restporosität vorhanden (die gemessene globale Dichte liegt bei ≥ 98%). An Luft bildet sich im wesentlichen Aluminiumoxid (Al_2O_3), daneben ist aber vor allem noch Nickeloxid nachgewiesen worden. Unter reduziertem Sauerstoff-Partialdruck bildet sich wie vorhergesagt eine reine Al_2O_3-Schicht. Es ist zu erkennen, dass aufgrund der Randporosität die Oxidbildung auch an den Porenrändern erfolgt.

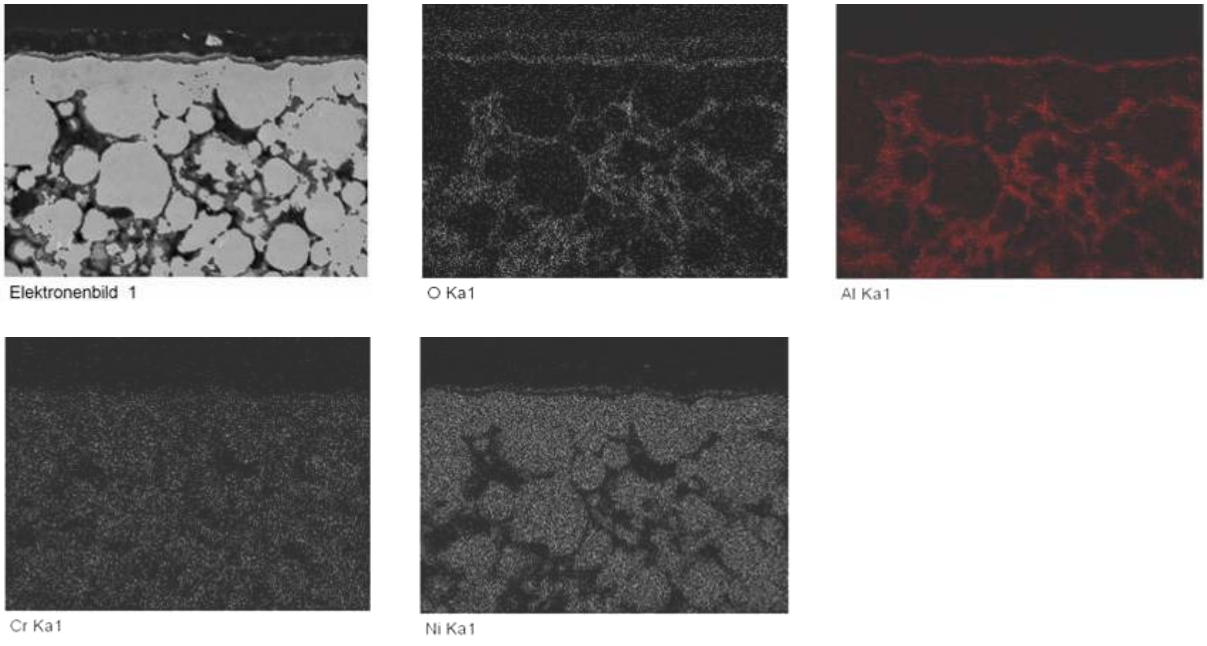


Abbildung 9: Elementverteilung, IN713C, voroxidiert (1000°C, 1h, Luft)

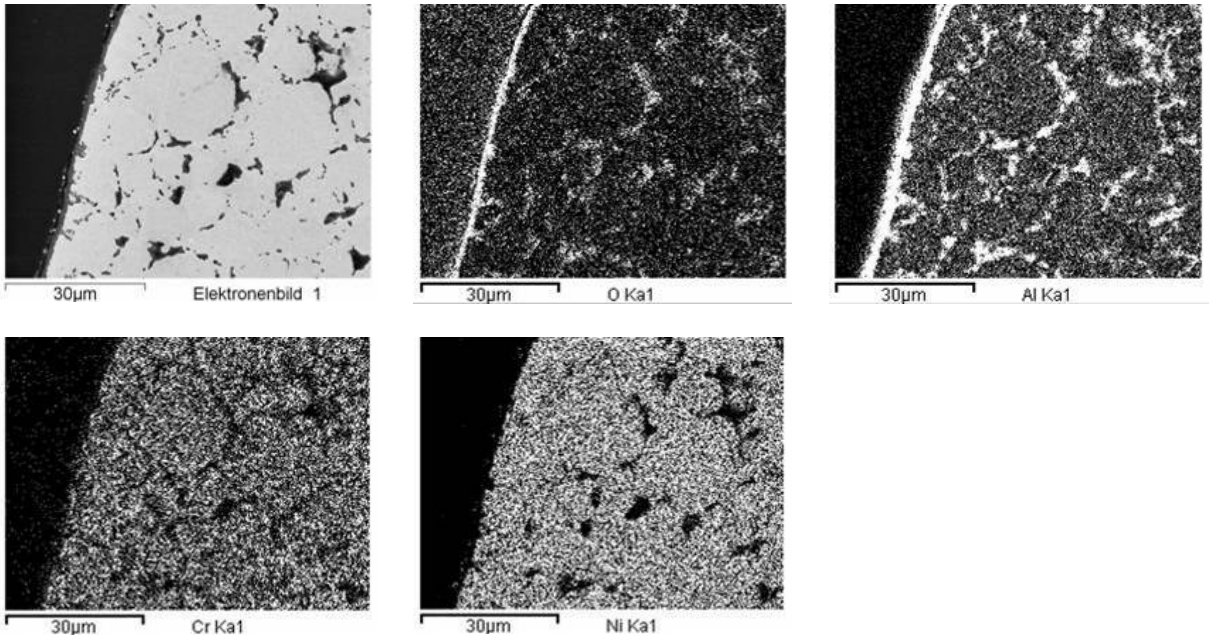


Abbildung 10: Elementverteilung, IN713C, voroxidiert (1200°C, 3h, H_2-H_2O)

Weiterhin wurden an gesinterten Proben Oxidationsversuche über längere Zeiten vorgenommen, wie sie bspw. über die gesamte Betriebsdauer in einem Turbolader auftreten können:

- Atmosphäre: Luft
- Temperatur: 900 – 1100°C
- Zeit: 100h

Die Oxidschichtcharakteristik wurde mittels EDX gemessen. Bei T = 900°C (Abbildung 11) bildet sich eine nahezu reine Al_2O_3-Schicht, Cr_2O_3 wird nur an wenigen Stellen an der Oberfläche nachgewiesen. Bei T = 1000°C (Abbildung 12) & 1100°C (Abbildung 13) bildet sich Cr_2O_3 zunehmend stärker aus und ist bei letzterer Temperatur die wesentliche Oxidschicht. In den Übersichtsbildern in Abbildung 14 ist zu erkennen, dass die Oxidschichtdicke mit der Temperatur zunimmt, was ein generell zu erwartender Trend ist. Weiterhin ist nachgewiesen, dass sich die Oxidschichtbildung auf den porösen Randbereich beschränkt und keine tiefer gehende Schädigung des Werkstoffs auftritt.

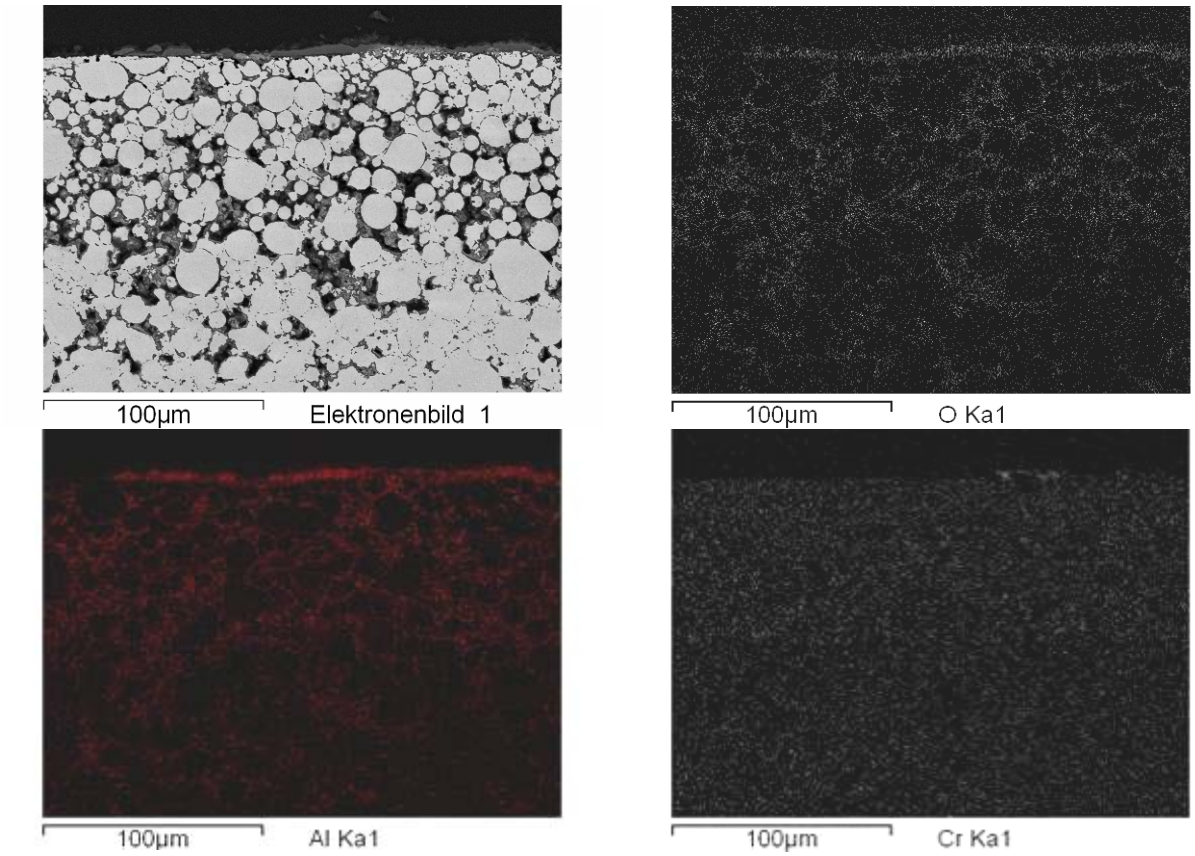
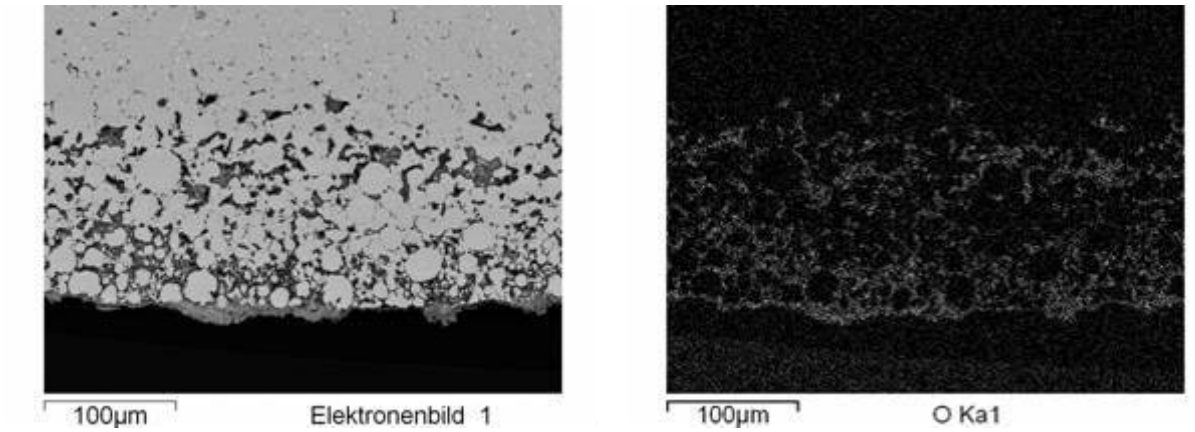


Abbildung 11: Elementverteilung, IN713C, nach Oxidation (900°C, 100h, Luft)



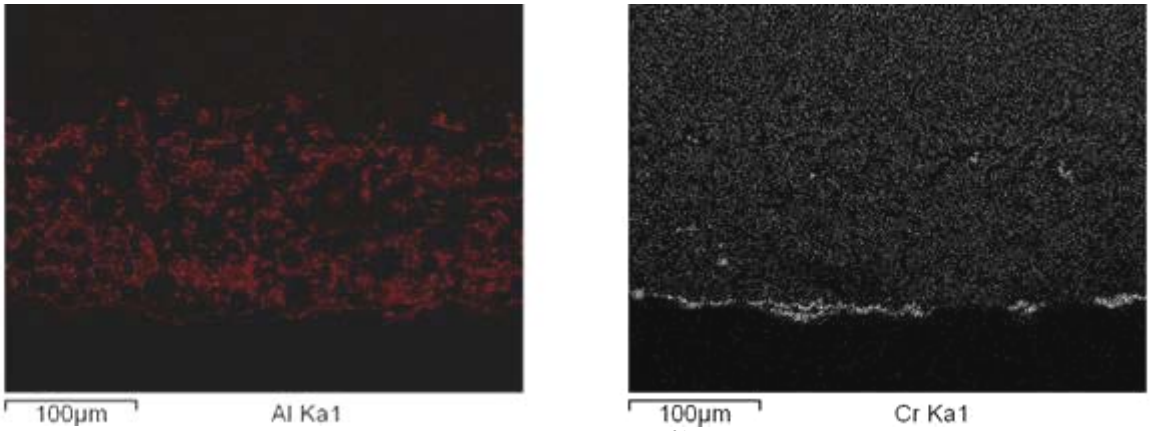


Abbildung 12: Elementverteilung, IN713C, nach Oxidation (1000°C, 100h, Luft)

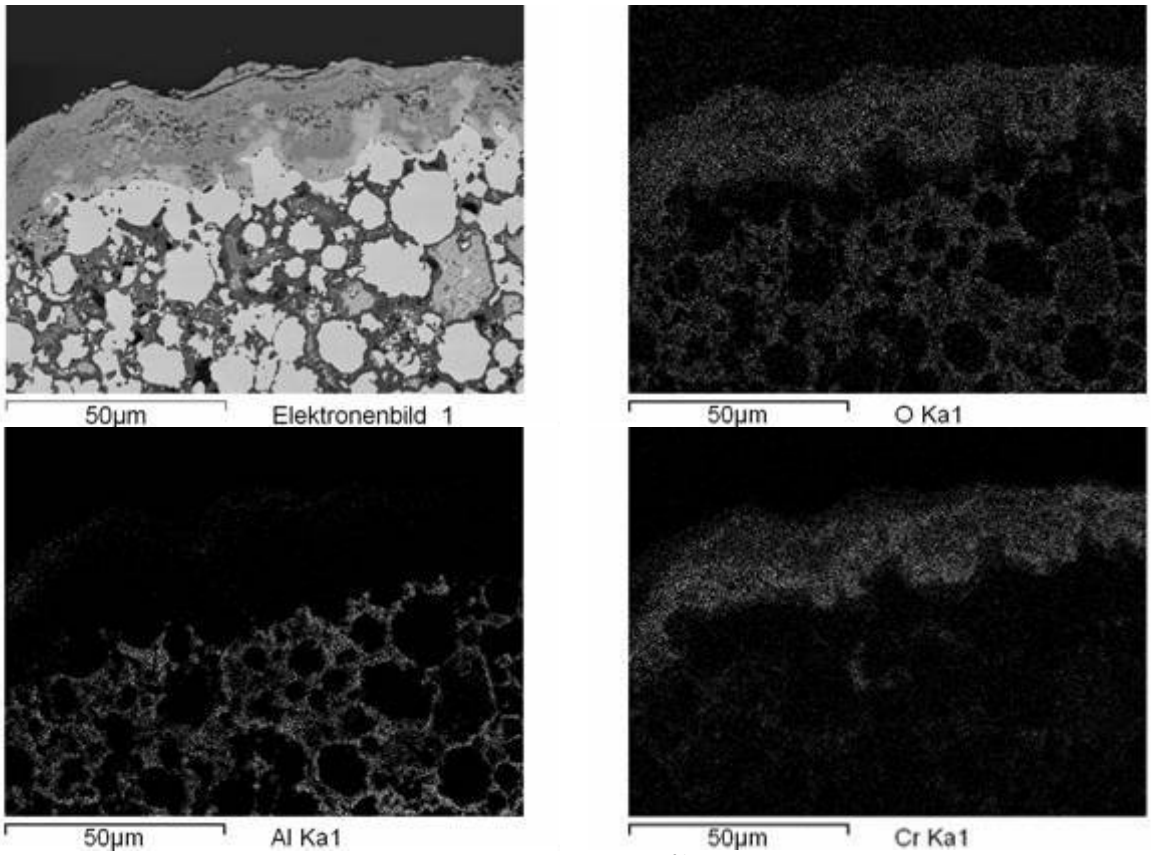
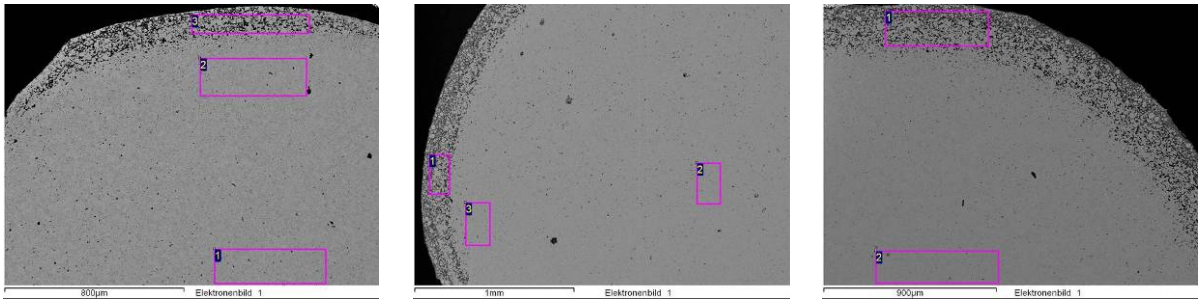


Abbildung 13: Elementverteilung, IN713C, nach Oxidation (1100°C, 100h, Luft)



900°C 1000°C 1100°C

Abbildung 14: Übersichtsbilder IN713C nach Oxidation (verschiedene Temperaturen, 100h, Luft)

2.1.2.4 Diskussion & Zusammenfassung

Es wurden aus zwei konventionellen Ni-Basis-Werkstoffen (Inconel 713C sowie Udimet 720) erfolgreich MIM-Zugstäbe hergestellt. Die Verdichtung über druckloses Sintern wurde dabei nachgewiesen. Die erreichten Dichten waren von Anfang an ausreichend hoch, um eine Nachverdichtung über HIP zu ermöglichen. Die Reproduzierbarkeit der Werte wurde an größeren Probenserien nachgewiesen. Die Mikrostruktur beider Werkstoffe weist die generell bekannten Charakteristika auf. Es wurden allerdings in beiden Fällen signifikante Anteile an Karbiden nachgewiesen. Die mechanischen Eigenschaften bei erhöhter Temperatur sind für IN713C vergleichbar mit anderen Herstellungsrouten. U720 ist allerdings weniger belastbar als über andere Routen produziertes Material. Der Hauptgrund für den erhöhten Karbidanteil und wahrscheinlich auch für die schlechteren mechanischen Kennwerte liegt in den im Vergleich zu Referenzwerten sehr hohen Gehalten an Kohlenstoff sowie Sauerstoff. Karbide, die sowohl an den Korngrenzen als auch im Korninneren zu sehen sind, können zu erhöhter Rissneigung und damit geringerer Festigkeit führen. Auch Oxide können zu einer erhöhten Versprödungsneigung beitragen. An dieser Stelle ist der Ansatzpunkt für Modifikationen zu suchen, die wie folgt aussehen und Bestandteil von AP 1.2 waren:

- Optimierung des Entbinderungsregimes
- Verwendung von Ausgangspulvern mit wesentlich verringerten Verunreinigungsgehalten

2.1.3 Modifizierte und neue Werkstoffe

2.1.3.1 Modifizierte Werkstoffe (Ni-Basis-Superlegierungen)

2.1.3.1.1 Werkstoffauswahl

Basierend auf den Ergebnissen aus AP 1.1 (siehe Kapitel 2.1.2) wurden für Inconel 713C und Udimet 720 modifizierte Werkstoffvarianten gewählt. Diese unterscheiden sich vor allem durch ihren verringerten Gehalt an Verunreinigungen von den bisher untersuchten Werkstoffen. Weiterhin ist der Cr-Gehalt ab-

gesenkt um die Bildung ungewollter Phasen zu unterdrücken. Es ist allerdings anzumerken, dass diese Pulver in der Herstellung teurer sind als ihre Standard-Varianten. Die Zusammensetzungen sind in Tabelle 8 zu finden.

	Ni	Cr	Al	Co	Mo	Ti	W	Nb
U720Li	bal.	16	2,5	15	3	5	1,25	
IN713LC	bal.	12	6		4,5	0,9		2,3

Tabelle 8: Zusammensetzung von Inconel 713LC und Udimet720Li (Hauptelemente, alle Angaben in Masseprozent)

2.1.3.1.2 Wärmebehandlung

Entbinderung

In Zusammenarbeit mit Verbundprojekt 6 (Ofentechnologie für Sinter- und Wärmebehandlung) wurde mittels der FTIR-Technologie untersucht, wie sich die Entbinderung optimieren lässt. Dazu wurden Proben der Legierungen IN713C & LC untersucht. Details zum Ablauf der Messungen und Ergebnisse sind im Abschlussbericht zu VP 6 (Kapitel 2.1.3.4) zu finden. Es wurde festgestellt, dass charakteristische organische Verbindungen (CO, CO_2, CH_4) bei bestimmten Temperaturen gebildet werden. Das Entbinderungsregime wurde infolge dessen dahingehend optimiert, dass in der Region der maximalen Umsätze Haltezeiten eingebaut wurden. Danach erfolgte anhand der Messung der Verunreinigungen ein Vergleich des alten und neuen Entbinderungschrittes. Die Ergebnisse sind in Tabelle 9 zusammengefasst.

Es hatte sich als Problem der Standard-Entbinderung herausgestellt, dass die Kohlenstoff- und Sauerstoffwerte signifikant erhöht sind. Mit der optimierten Entbinderung lassen sich beide Verunreinigungsgehalte genauso signifikant wieder senken. Für beide Werkstoffvarianten werden Werte erreicht, die in der Region der jeweiligen Ausgangspulver liegen. Die so gesetzten Parameter wurden im weiteren Verlauf des Projektes auch bei den Werkstoffen der Udimet720-Familie zum Entbindern genutzt. Auch bei diesen Werkstoffen liegen die Werte der MIM-Zugstäbe in der Region der jeweiligen Pulver, lediglich der Sauerstoffwert ist erhöht.

Legierung	C [%]	N [%]	O [%]
IN713C Pulver	0,174	0,022	0,072
IN713LC Pulver	0,042	0,014	0,057
IN713C (Standard)	0,358	0,034	0,264
IN713C (optimiert)	0,178	0,023	0,102
IN713LC (optimiert)	0,063	0,017	0,102

Tabelle 9: CNO-Werte IN713 C & LC (Standard & optimiert nach FTIR)

Legierung	C [%]	N [%]	O [%]
U720 Pulver	0,034	0,005	0,051
U720Li Pulver	0,023	0,003	0,047
U720 (Standard)	0,105	0,011	0,522
U720 (optimiert)	0,038	0,006	0,093
U720Li (optimiert)	0,032	0,002	0,107

Tabelle 10: CNO-Werte U720 (Standard & optimiert nach FTIR)

Sintern

Es wurden keine Änderungen der Parameter vorgenommen, so dass die in Kapitel 2.1.2.2 festgelegten Regimes weiter genutzt wurden. Die gemessenen Sinterdichten waren für beide Werkstoffe vergleichbar hoch (immer > 94% der theoretischen Dichte).

2.1.3.1.3 Charakterisierung

Mikrostruktur

Die Probenpräparation und –charakterisierung erfolgten wie in Kapitel 2.1.2.3. Übersichtsbilder der jeweiligen Mikrostruktur sind in Abbildung 15 (IN713LC) und Abbildung 16 (U720Li) zu sehen. Im Vergleich zwischen IN 713LC & C (Abbildung 2) ist als wesentlich Unterschied zu erkennen, dass die Karbidbildung nur noch an sehr wenigen Stellen nachgewiesen wird (weiße Bereiche). Dies ist ein Nachweis für die angestrebte Verbesserung durch die optimierte Entbinderung. Auch bei U720Li hat die Karbidbildung signifikant abgenommen, so dass die Übertragbarkeit der Entbinderungsparameter nachgewiesen ist. Auf eine Darstellung der Elementverteilung wird deshalb verzichtet.

Anhand von Udimet720Li soll eingehender auf die Entwicklung der Mikrostruktur eingegangen werden. Um die mechanischen Hochtemperatureigenschaften zu maximieren, wird eine dem Sintern nachgeschaltete Wärmebehandlung durchgeführt (Parameter siehe Tabelle 7). Diese dient vor allem der Anpassung der Teilchengröße und Morphologie der γ'-Ausscheidungen. Man unterscheidet (siehe Abbildung 17) in primäre (im Pulver existierende), sekundäre (nach dem Sintern gebildete) und tertiäre (nach Lösungsglühen + Auslagern gebildete) Ausscheidungen. Um die Hochtemperaturfestigkeit zu maximieren, ist eine gezielte Bildung der tertiären Ausscheidungen anzustreben. Es wurden verschiedene Probenzustände charakterisiert (Zusammenfassung siehe Tabelle 11). Dabei entspricht Route (1) der Herstellung komplett unter Laborbedingungen. Route (2) ist als „semi-industriell" zu bezeichnen, während in Route (3) alle Prozessschritte unter großtechnischen Bedingungen durchgeführt wurden. Dabei wurden die Mikrostrukturen sowohl vor als auch nach der Wärmebehandlung untersucht.

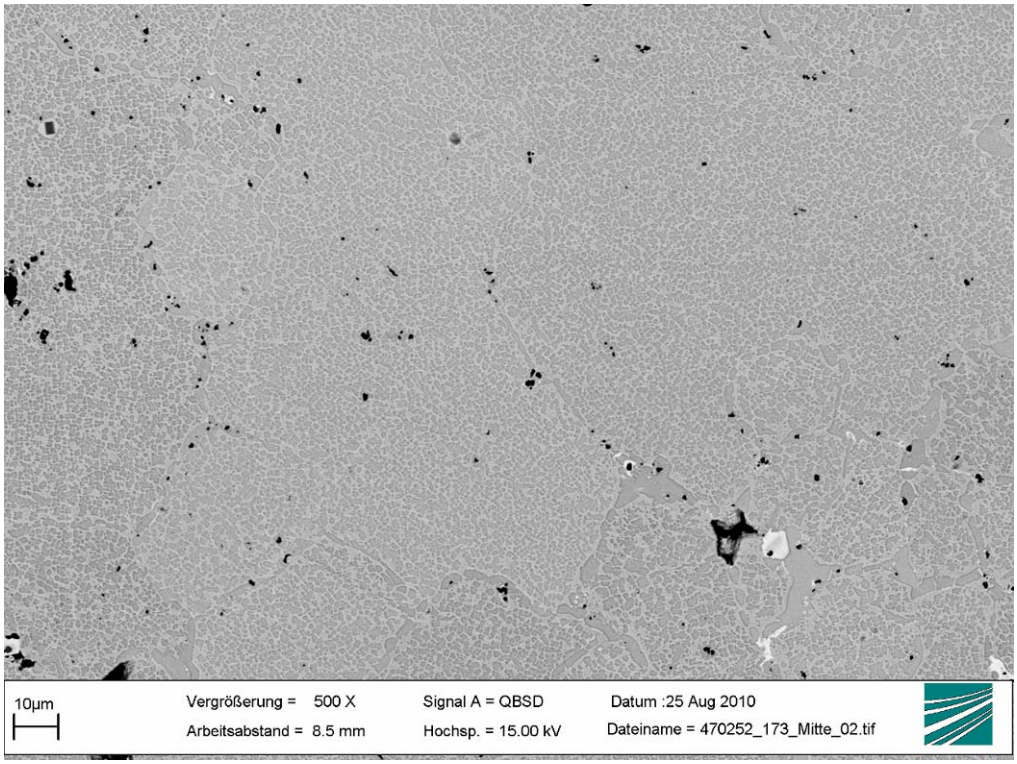


Abbildung 15: Mikrostruktur IN 713LC

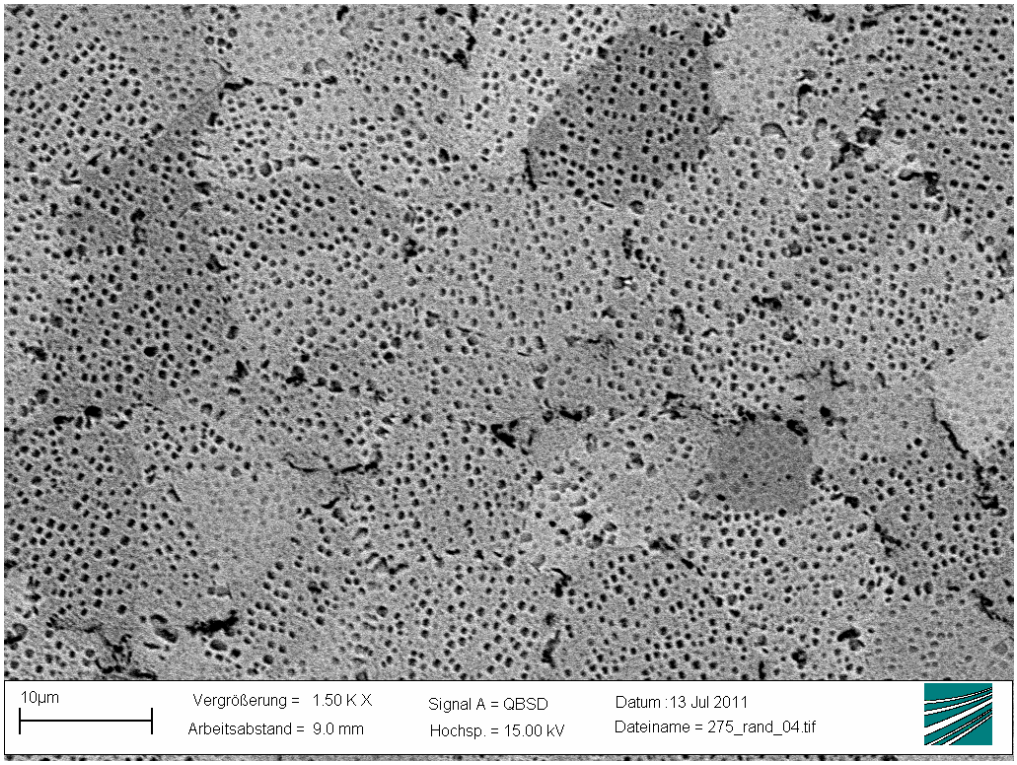


Abbildung 16: Mikrostruktur U720Li

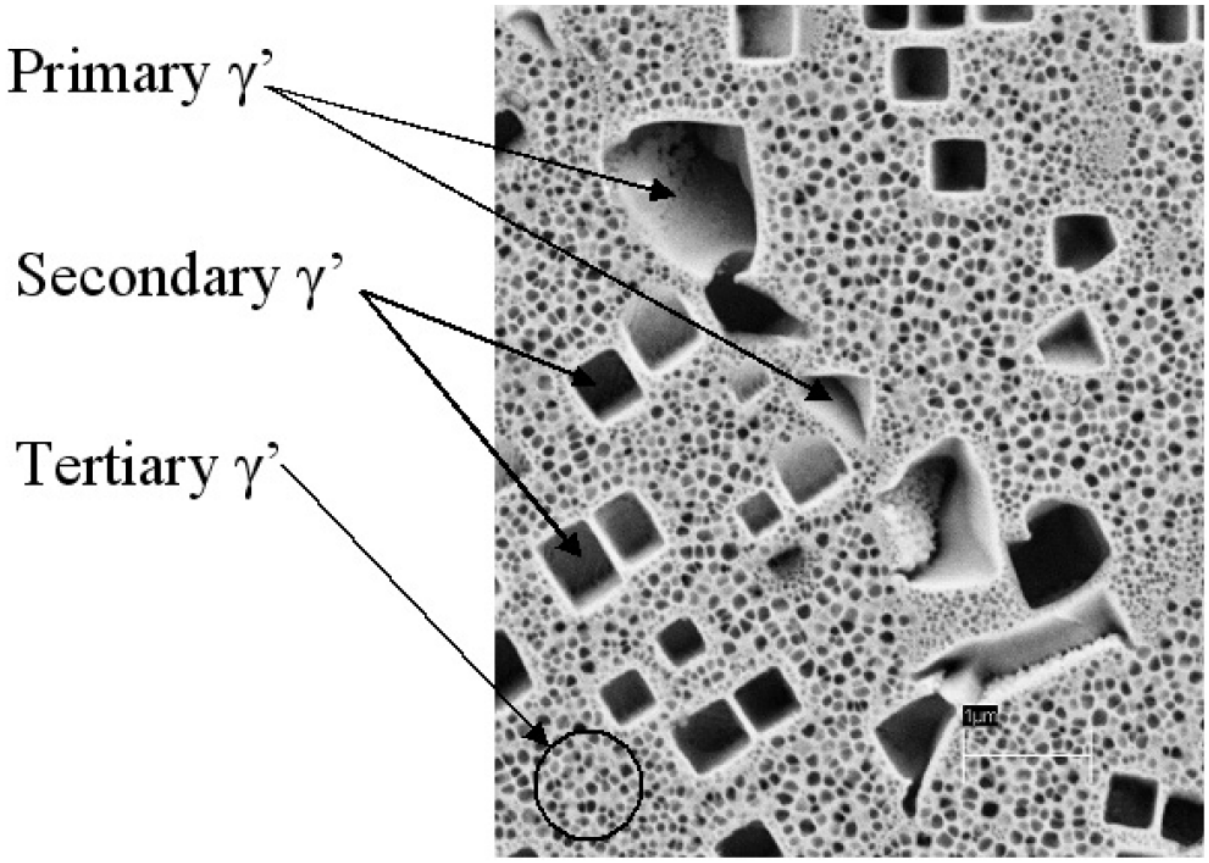
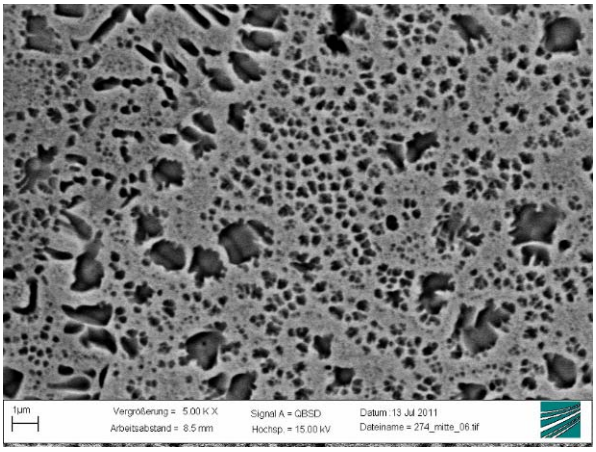


Abbildung 17: Klassifizierung von γ'-Ausscheidungen [21]

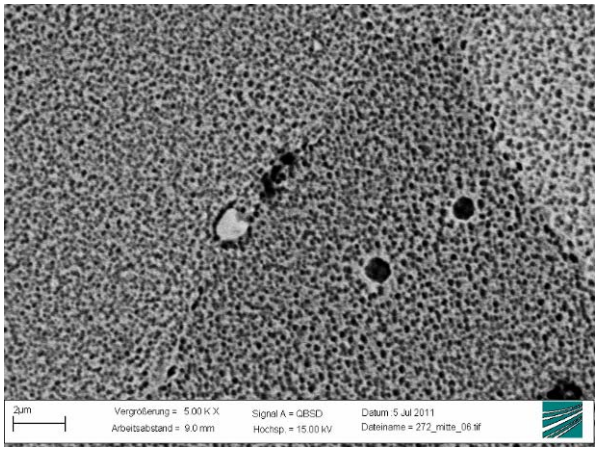
Die REM-Aufnahmen der verschiedenen Mikrostrukturen sind in Abbildung 18 zu sehen. Für Route (1) + (2) sind nach Sintern + HIP im Wesentlichen primäre und sekundäre Ausscheidungen zu erkennen. Die Morphologie der sekundären Ausscheidungen unterscheidet sich zwischen beiden Wegen, was auf Unterschiede im Sinterprozess hindeutet. Nach der Wärmebehandlung entsteht bei (1) und (2) eine vergleichbare Mikrostruktur mit einem hohen Anteil an tertiärer γ'-Phase. Für (3) ist die Mikrostruktur anders mit eher großen blockig-runden Ausscheidungen. Es können jedoch durchaus tertiäre Ausscheidungen existieren, deren Größe unterhalb der Auflösungsgrenze des REMs liegt

	Sintern	HIP	Wärmebehandlung
(1)	IFAM	IFAM	IFAM
(2)	SST	Bodycote	IFAM
(3)	SST	Bodycote	HEAT

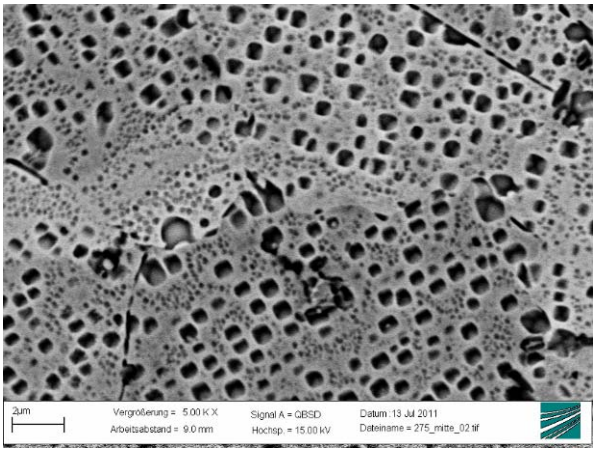
Tabelle 11: Herstellungsrouten U720Li



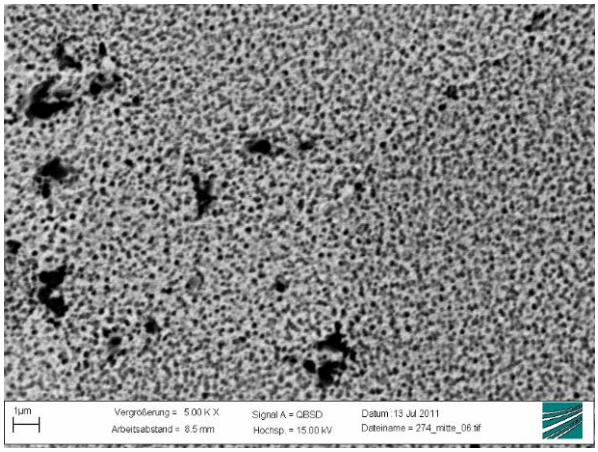
(1) (sint + HIP)



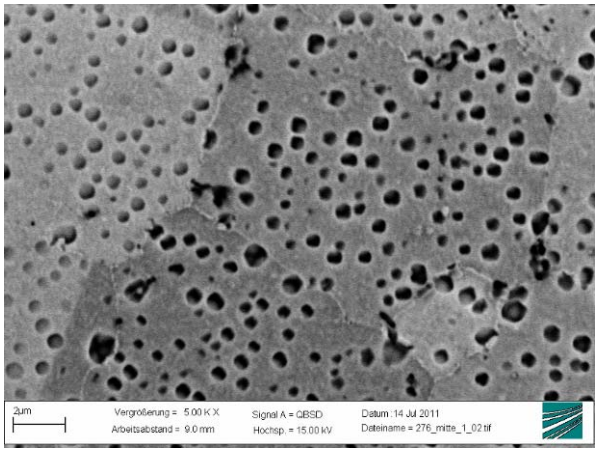
(1) (sint + HIP + WB)



(2) (sint + HIP)



(2) (sint + HIP + WB)



(3) (sint + HIP + WB)

Abbildung 18:Mikrostruktur U720Li nach verschiedenen Schritten und Herstellungsrouten (siehe Tabelle 11)

Hochtemperatureigenschaften – mechanischer Test

Es wurden von beiden Werkstoffen in ihrer modifizierten Form Zugversuche durchgeführt. Dabei wurden verschiedene Herstellungsrouten (siehe Tabelle 12) miteinander verglichen. Die Nachbehandlung nach dem Sintern (HIP + Wärmebehandlung) erfolgte mit den Parametern aus Tabelle 7. Die Versuchsparameter wurden im Vergleich zu den konventionellen Werkstoffen nicht verändert.

	Sintern	HIP	Wärmebehandlung
IN 713LC (1)	IFAM	IFAM	---
IN 713LC (2)	SST	Bodycote	---
U 720Li (1)	IFAM	IFAM	IFAM
U 720Li (2)	SST	Bodycote	IFAM
U 720Li (3)	SST	Bodycote	HEAT

Tabelle 12: Herstellungsrouten IN 713LC & U 720Li für mechanische Prüfung

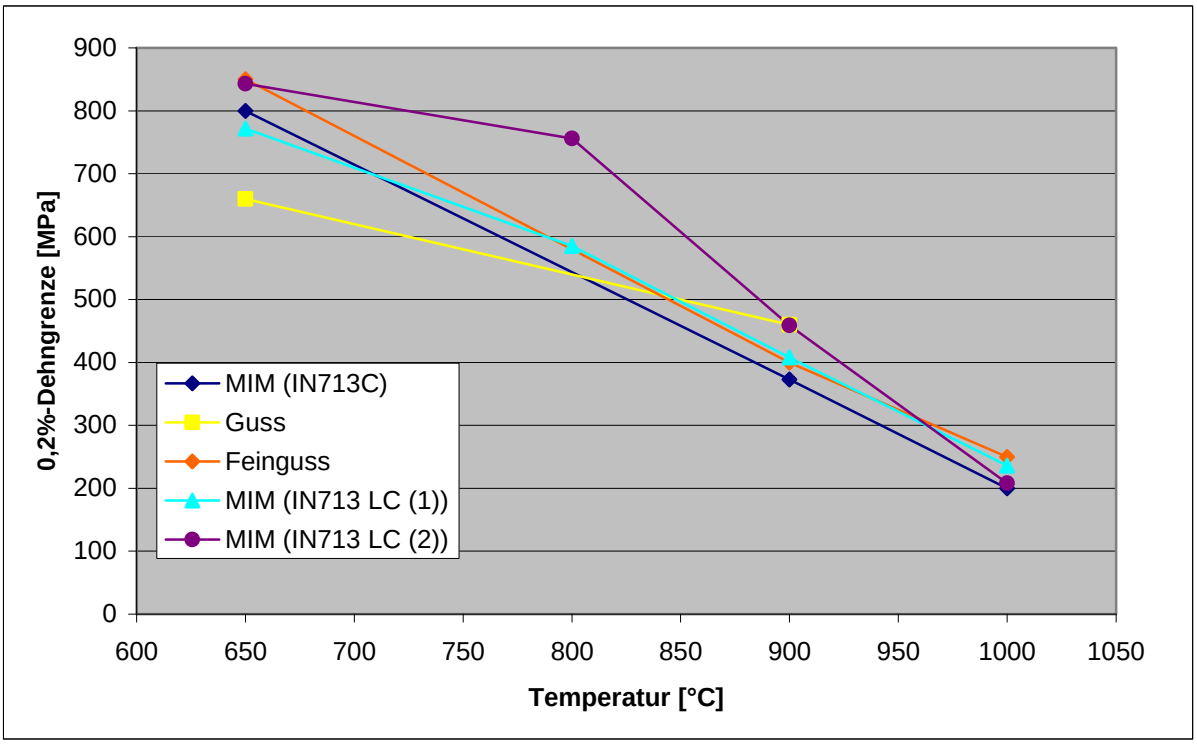


Abbildung 19: mechanische Eigenschaften IN713C im Vergleich zu alternativen Herstellungsverfahren

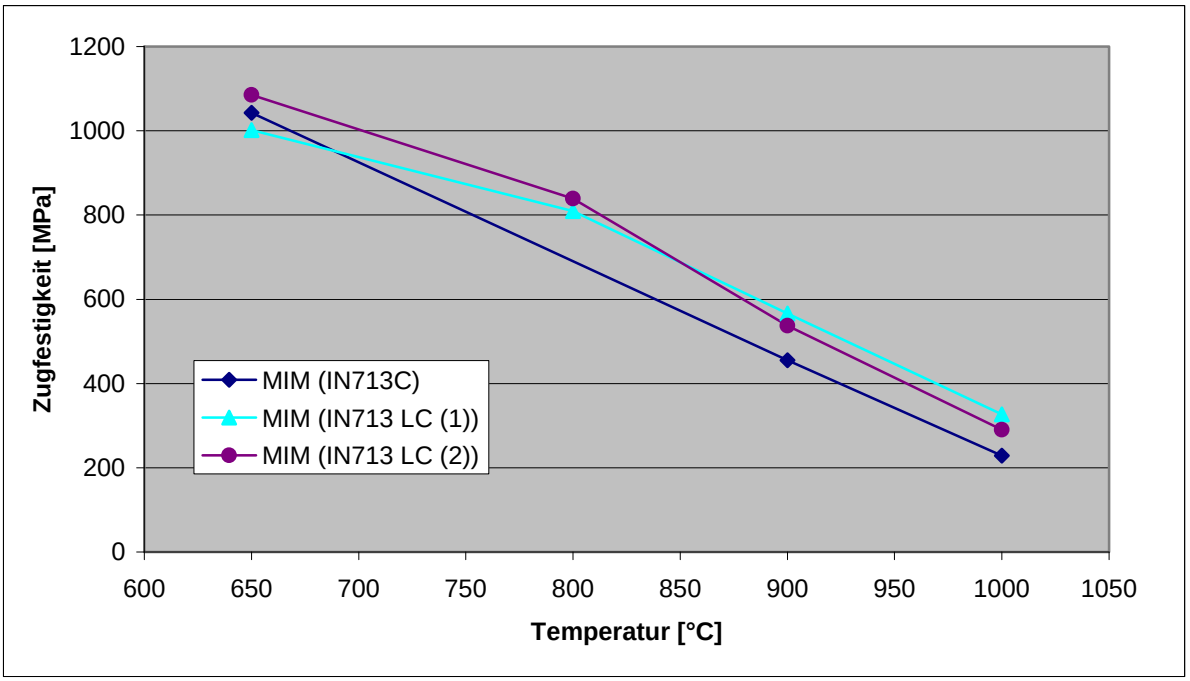


Abbildung 20: Zugfestigkeit IN713

Für IN713 sind die Ergebnisse in Abbildung 19 und Abbildung 20 zusammengefasst. Zum Vergleich sind die Daten aus Abbildung 7 eingetragen. Beide Herstellungsrouten führen im Vergleich zum konventionellen Werkstoff zu einer Erhöhung der mechanischen Kennwerte. Im vergleich zu alternativen Routen sind die modifizierten Werkstoffe vergleichbar bzw. besser. Die industrielle Route (2) führt zum höchsten Wert der 0,2%-Dehngrenze, während beide Routen in Bezug auf die Zugfestigkeit vergleichbar sind.

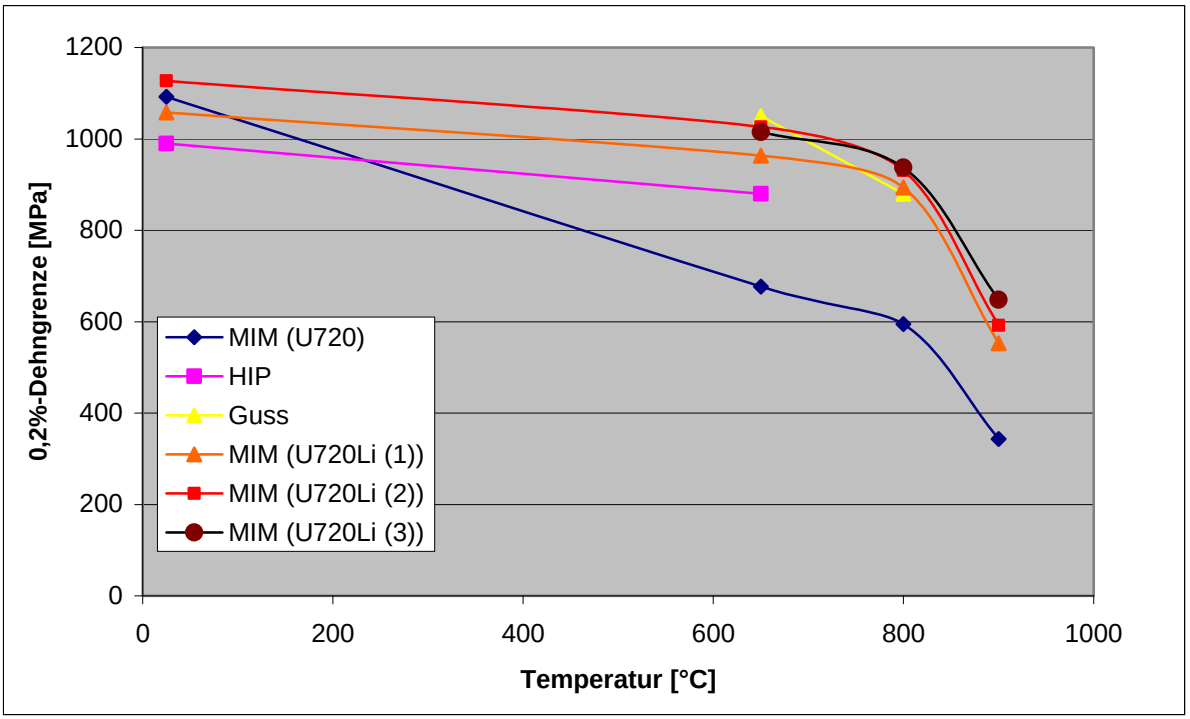


Abbildung 21: mechanische Eigenschaften U720Li im Vergleich zu alternativen Herstellungsverfahren

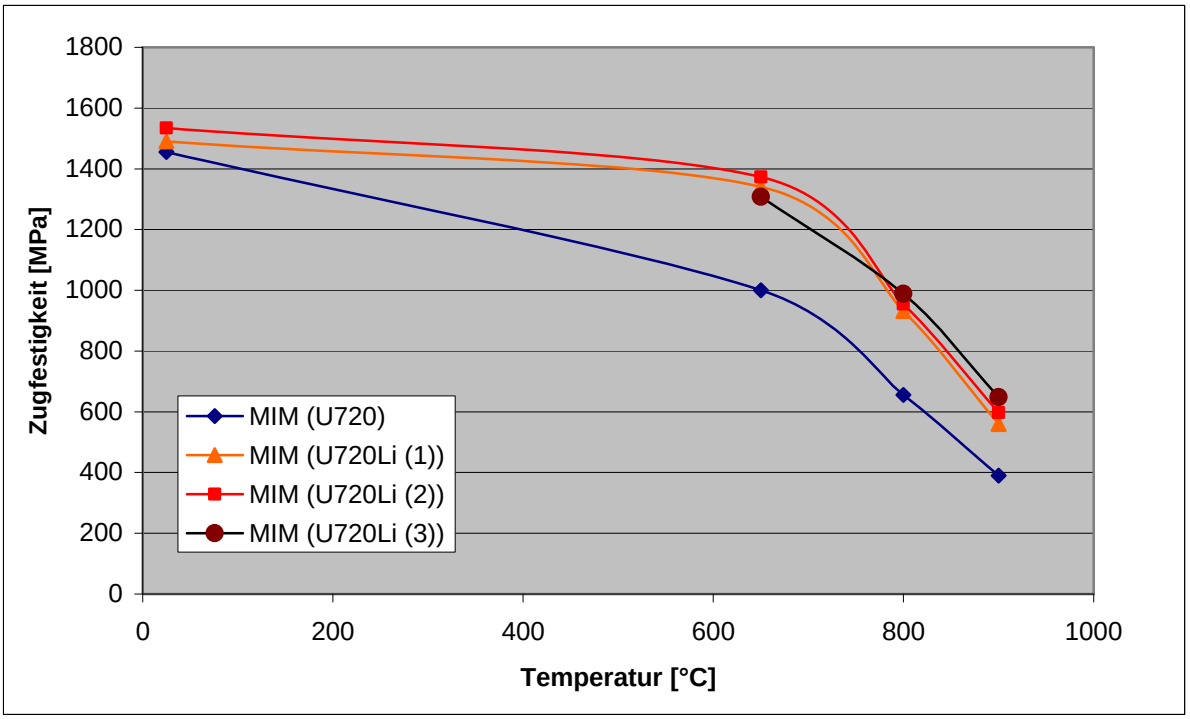


Abbildung 22: Zugfestigkeit U720

Für U720 sind die mechanischen Kennwerte in Abbildung 21 und Abbildung 22 zusammengefasst. Vergleichend sind die Werte aus Abbildung 8 aufgetragen.

Für die modifizierten Werkstoffe ist eine signifikante Verbesserung der mechanischen Kennwerte eingetreten. Im vergleich zu alternativen Routen sind die modifizierten Werkstoffe vergleichbar bzw. besser. Obwohl die Morphologie der Ausscheidungen für die industrielle Route (3) sehr viel anders erscheint als für die Routen (1) & (2) (siehe Abbildung 18), sind die mechanischen Kennwerte vergleichbar. Es ist anzunehmen, dass tertiäre Ausscheidungen gebildet werden, deren Größe unterhalb der Auflösungsgrenze des REMs ist.

Hochtemperatureigenschaften – Oxidation

Es wurden an beiden Werkstoffen folgende Testreihen durchgeführt:

- Langzeitversuche mittels Thermogravimetrie (TG) im Sinterzustand & voroxidiert

- Thermoschock

Im Unterschied zu den bisher durchgeführten Versuchen wird bei der Thermogravimetrie die Masse der Probe kontinuierlich über die Versuchszeit aufgenommen. Damit kann die Masseänderung gemessen werden. Darüber sind Aussagen zum Oxidationsprozess möglich (siehe Abbildung 23):

- es bildet sich eine Oxidschicht, die aber nicht passivierend für das Substratmaterial ist (lineare Massezunahme)

- es bildet sich eine nicht-passivierende Oxidschicht, deren Oxide abdampfen oder abplatzen (lineare Masseabnahme)

- es bildet sich eine passivierende Schicht aus (parabolische Massezunahme)

- es bildet sich zuerst eine passivierende Schicht, die aber (z.B. aufgrund eines nicht mehr ausreichend hohen Gehaltes des schutzschichtbildenden Metalls) ab einem bestimmten Punkt nicht mehr gebildet werden kann und somit ihre Schutzwirkung verliert („breakaway Oxidation")

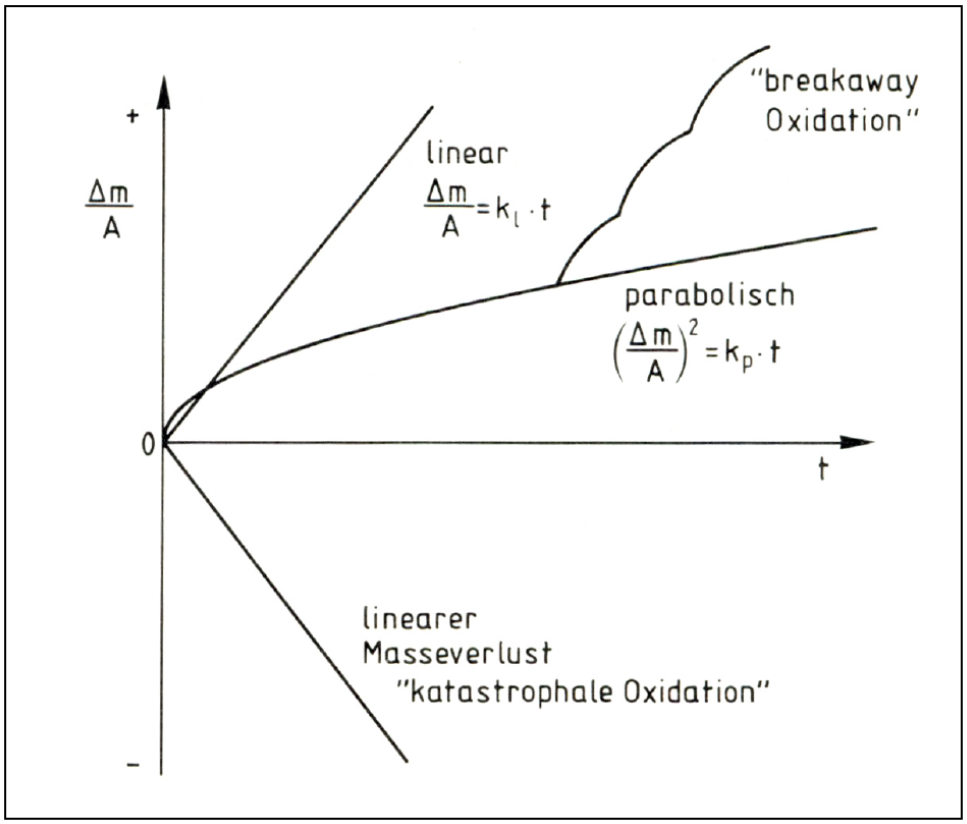


Abbildung 23: zeitabhängige Masseänderung: nicht schützend (linear), schützend (parabolisch), zuerst schützend, im weiteren Verlauf nicht schützend („breakaway oxidation")

Thermogravimetrie

Die Zusammenfassung der TG-Kurven ist in Abbildung 24 (IN713LC) und Abbildung 25 (U720Li) zu finden. Für IN713LC wurde auch eine voroxidierte Probe (1000°C, 1h, Luft) vergleichend geprüft. Es ist bei IN713C zu erkennen, dass bei allen Tests eine passivierende Oxidschicht gebildet wird. Breakaway-Oxidation ist nicht zu erkennen. Die Massezunahme ist bei 1000°C ca. eine Größenordnung geringer als bei 1100°C. Die Voroxidation führt zu einer etwas geringeren Massezunahme bei 1100°C. Anhand der REM-Aufnahmen (Abbildung 26 - Abbildung 28) ist folgendes zu erkennen:

- bei 1000°C bildet sich im wesentlichen Aluminiumoxid (Al_2O_3) (Abbildung 26)

- bei 1100°C bilden sich neben Al_2O_3 auch Chromoxid und Nickeloxid (Abbildung 27)

Bei 1100°C tritt eine innere Schädigung des Materials durch Aluminiumoxidbildung auf (Abbildung 27), diese Schädigung ist jedoch ein lokaler Effekt (Abbildung 28).

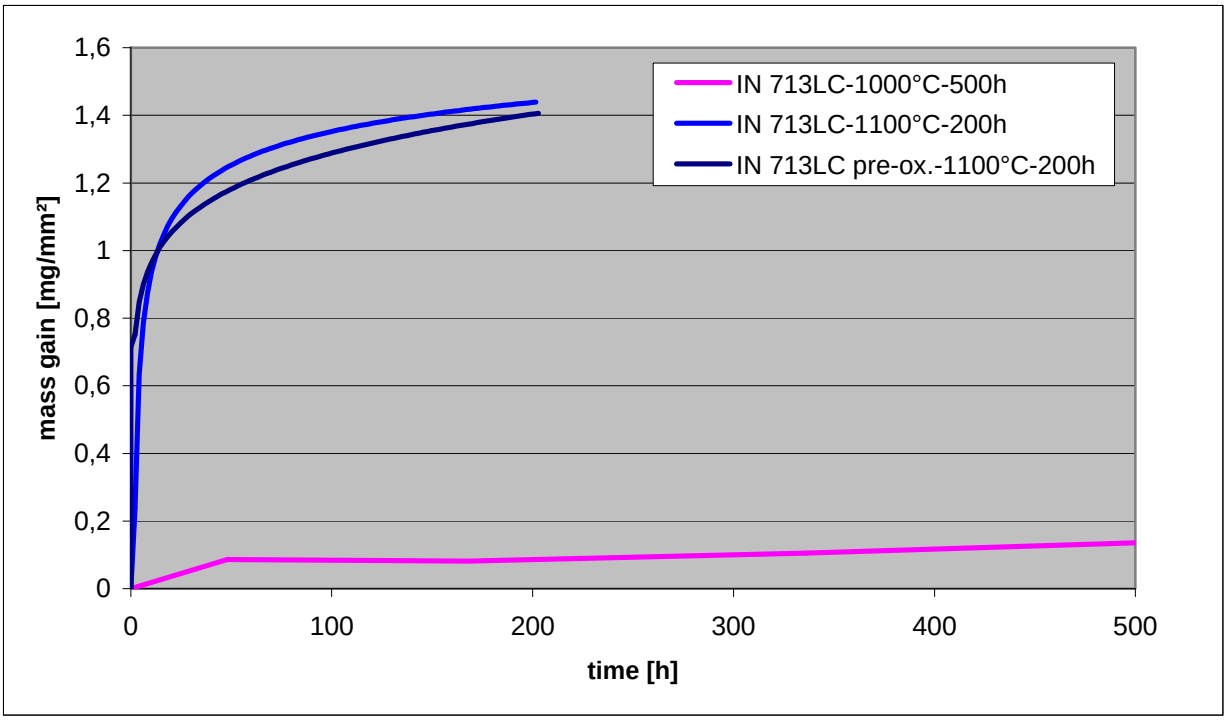


Abbildung 24: Masseänderung IN713LC an Luft

Bei U720Li ist zu erkennen, dass bei 1100°C keine passivierende Schicht gebildet wird. Bei 1000°C verläuft die Kurve wesentlich flacher, so dass ein Übergang zu einer passivierenden Schutzschicht einsetzen könnte. Anhand der REM-Bilder (Abbildung 29, Abbildung 30) ist folgendes zu erkennen:

- bei 1000°C bildet sich als Deckschicht im Wesentlichen Chromoxid (Cr_2O_3), es tritt eine interne Schädigung des Materials durch Bildung von Aluminiumoxid auf (Abbildung 29)

- bei 1100°C tragen alle metallischen Elemente zur Oxidschichtbildung bei, die Bildung von Aluminiumoxid erfolgt unterhalb der nicht-schützenden Oxide und ist als interne Schädigung anzusehen

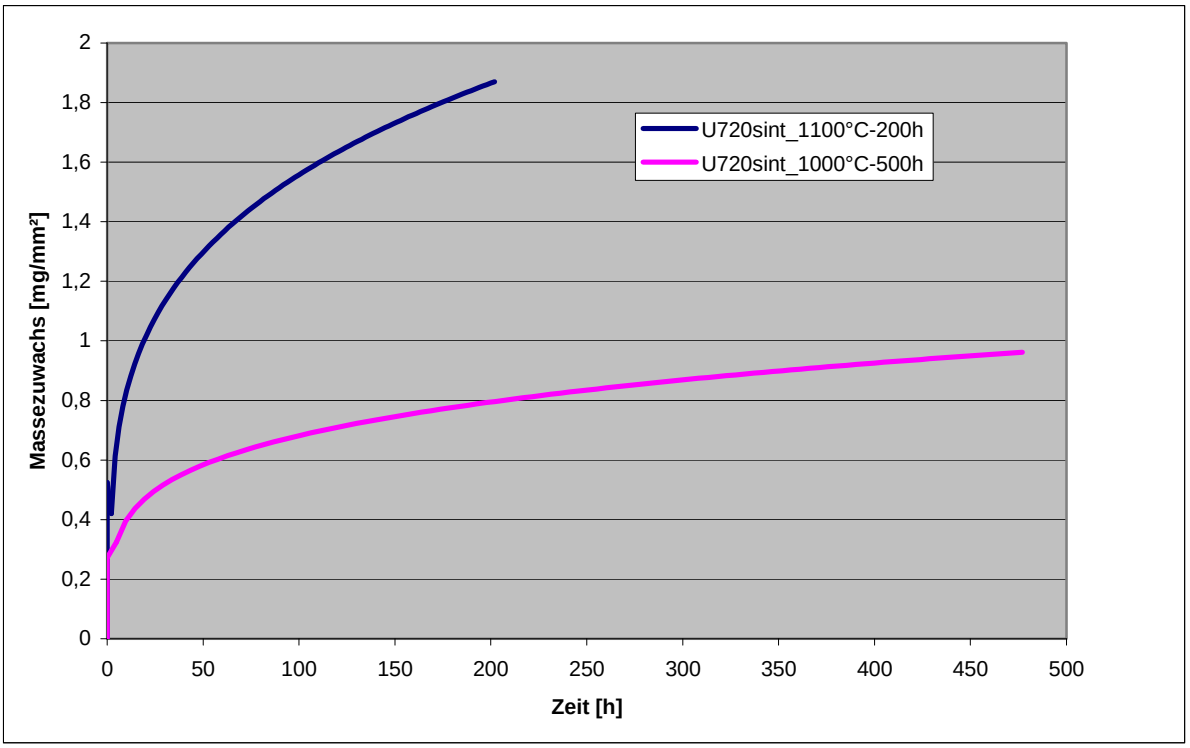


Abbildung 25: Masseänderung U720Li an Luft

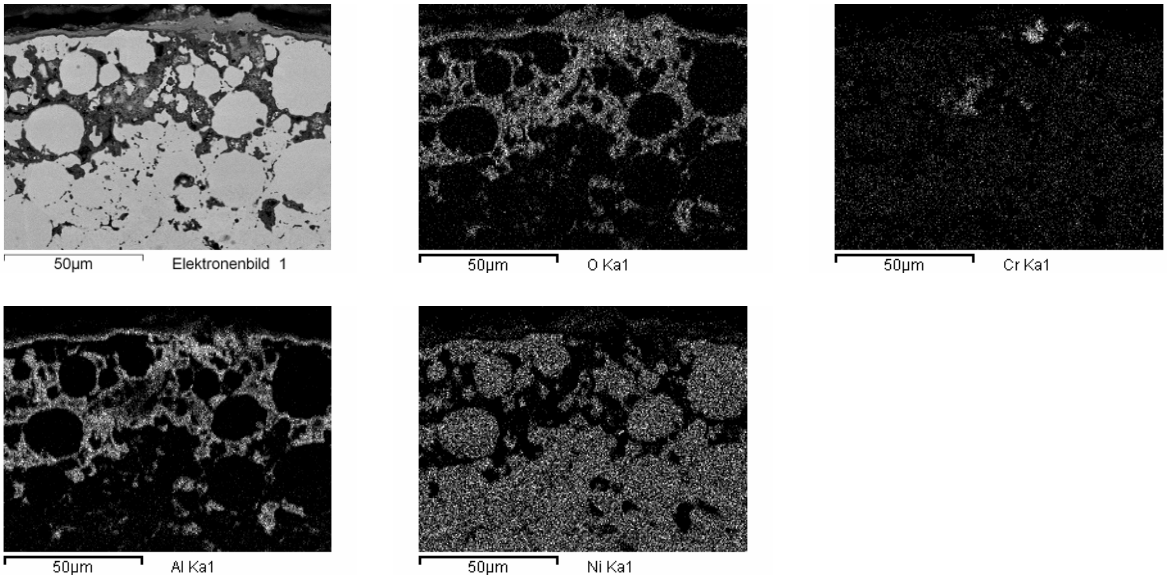


Abbildung 26: Elementverteilung IN713LC (oxidiert 1000°C, 500h, Sinterzustand)

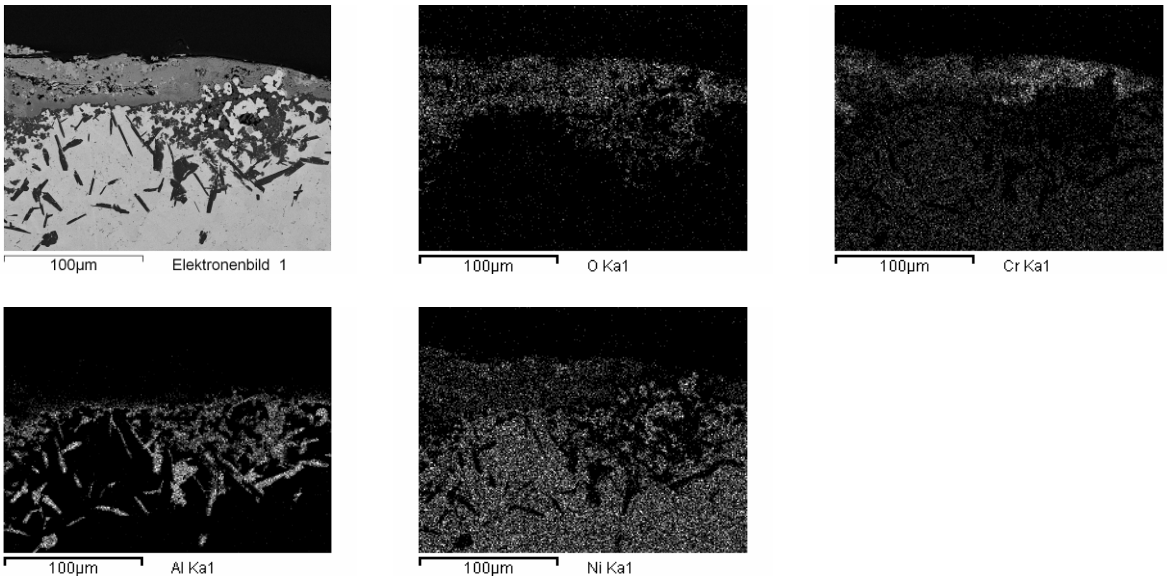


Abbildung 27: Elementverteilung IN713LC (oxidiert 1100°C, 200h, Sinterzustand)

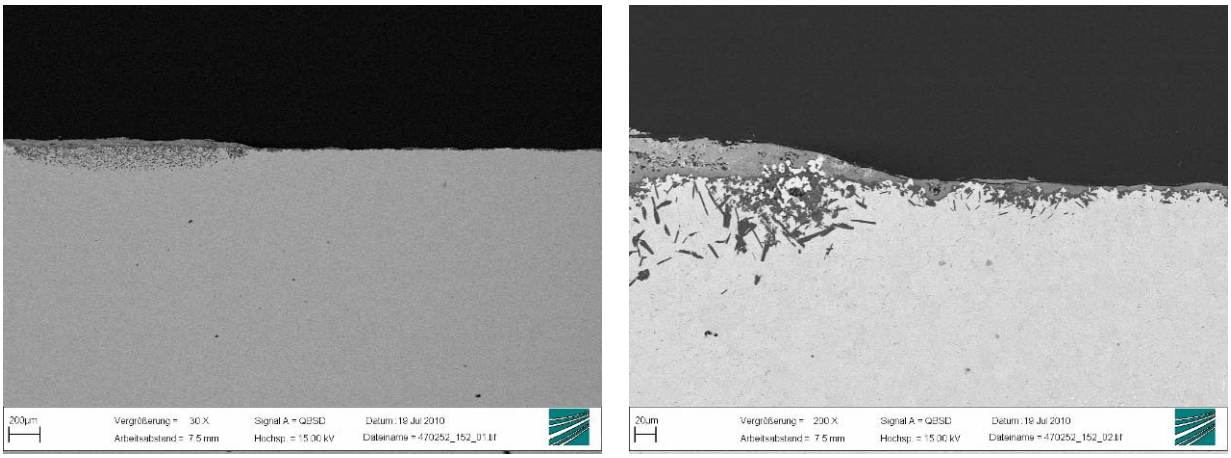


Abbildung 28: Übersichtsbilder Probenoberfläche IN713LC (oxidiert 1100°C, 200h, Luft)

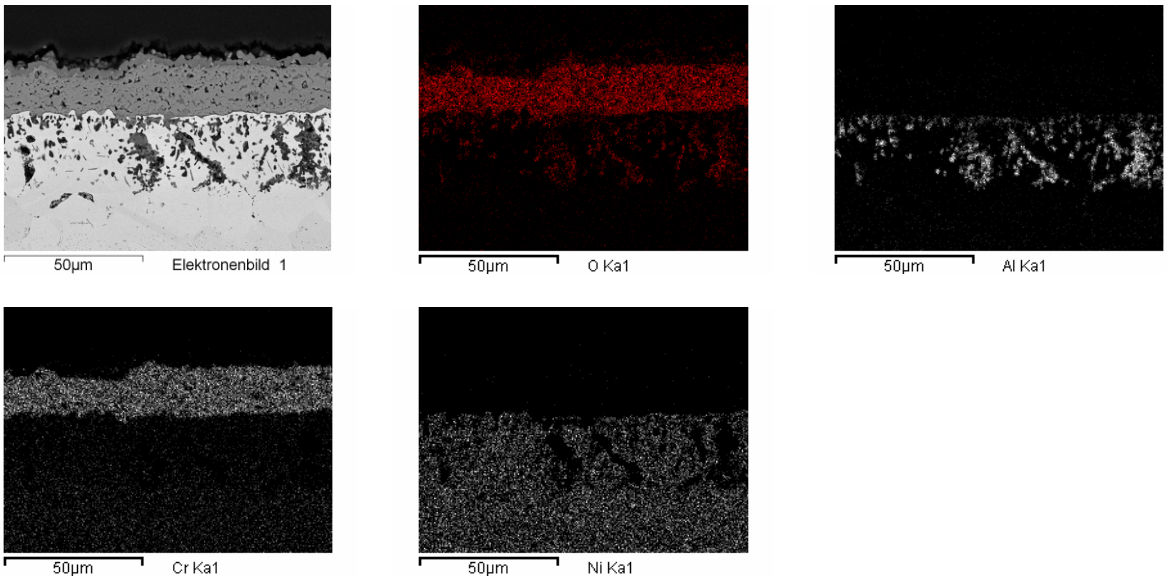


Abbildung 29: Elementverteilung U720Li (oxidiert 1000°C, 500h, Sinterzustand)

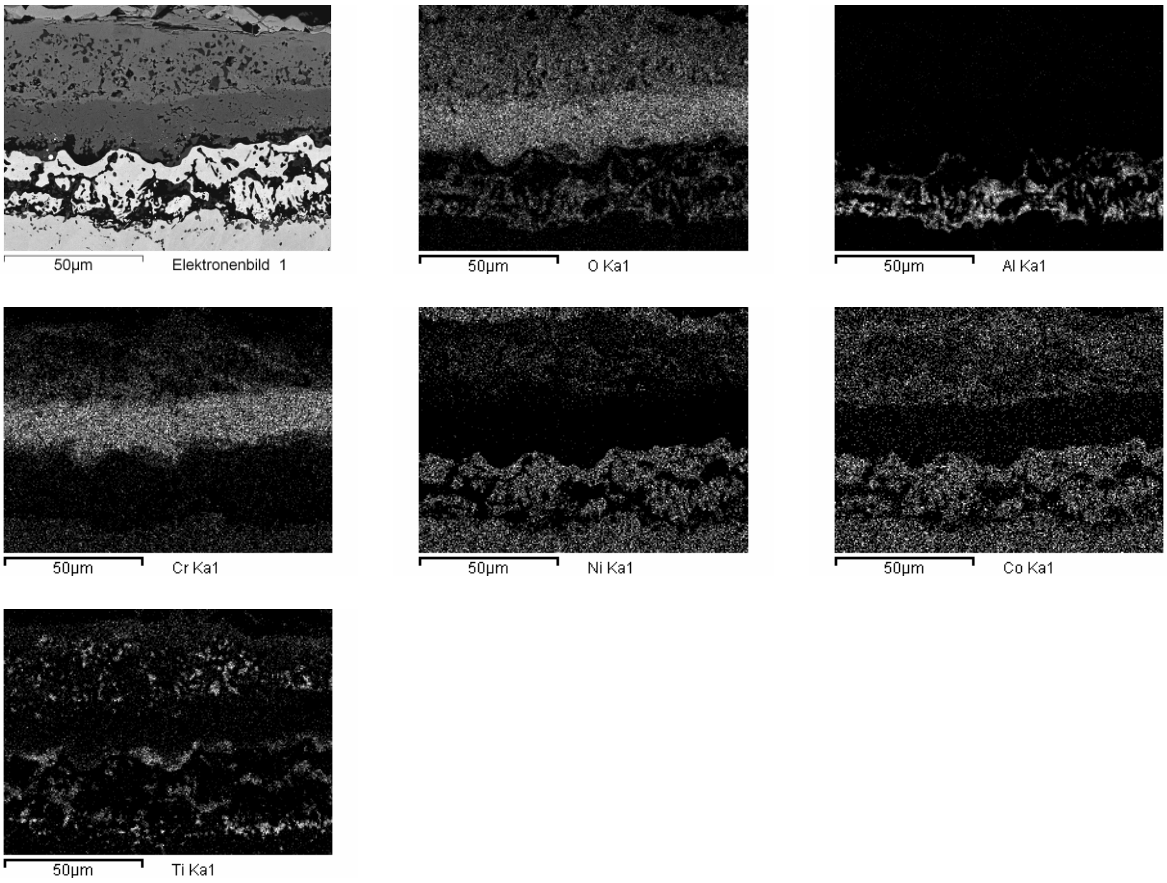


Abbildung 30: Elementverteilung U720Li (oxidiert 1100°C, 200h, Sinterzustand)

Thermoschock

Um die Anfahr- und Abschaltvorgänge im Betrieb z.B. eines Turboladers zu simulieren, bietet sich der Thermoschocktest an. Dabei wird eine Testprobe mit sehr hoher Heizrate auf eine bestimmte Zieltemperatur gebracht und nach einer kurzen Haltezeit abgekühlt (dies geschieht z.B. mittels Druckluft, um eine möglichst rasche Abkühlung zu erreichen).

Mit einer Probe des Werkstoffs IN713LC im voroxidierten Zustand (1000°C, 10h, Luft) wurde ein Thermoschockversuch an Luft mit folgenden Parametern durchgeführt:

- T_{MAX} = 1000°C
- Heizrate 900 K/min
- Haltezeit 2 min
- Abkühlen auf 200°C (Druckluft) innerhalb von maximal 30 Sekunden

Diese Versuchsbedingungen stellen ein „worst case" Szenario dar, das den Werkstoff bis an seine Beständigkeitsgrenze belasten bzw. zum Versagen bringen sollte. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 31 (links) zu sehen. Die Probe, welche aus der Mitte eines MIM-Zugstabs entnommen war, wurde induktiv erheizt. Die Temperaturmessung erfolgte über ein an der Probe angebrachtes Thermoelement. Unterhalb der Probe befindet sich eine Düse, über die die Druckluft eingeblasen wird. Insgesamt sollten 1500 Zyklen gefahren werden, wobei im Projekt ca. 600 Zyklen absolviert wurden.

Abbildung 31: Versuchsaufbau Thermoschock (links), Probenoberfläche nach 350 Zyklen (rechts)

Die Änderung der Probenmasse bis ca. 600 Zyklen ist in Abbildung 32 zu sehen. Bis ca. 150 Zyklen ist nur eine geringe Änderung zu sehen. Dies bedeutet, dass die durch Voroxidation gebildete Schicht stabil ist. Nachfolgend kommt es zu einem signifikanten Masseverlust bis ca. 450 Zyklen. Die Schutzschicht aus Al_2O_3 hat versagt und es bilden sich alle Metalloxide. In Abbildung 31 (rechts) ist die Probe nach 350 Zyklen zu sehen. Die Oberfläche ist durch sehr starke O-

xidation gekennzeichnet; als weitere Oxide kommen neben Al_2O_3 noch Chrom- und Nickeloxide in Betracht. Diese Oxide platzen jedoch speziell beim Abkühlen immer wieder von der Oberfläche ab, so dass die Masse insgesamt geringer wird. Der Masseverlust nimmt zwischen 450 und 550 Zyklen jedoch wieder ab, d.h., die Probenmasse bleibt nahezu konstant. Dies kann ein Anzeichen für eine Repassivierung des Materials sein, d.h. die Schutzschicht speziell aus Al_2O_3 wird neu gebildet. Weiterführende Tests sind Bestandteil der zukünftigen Kooperation.

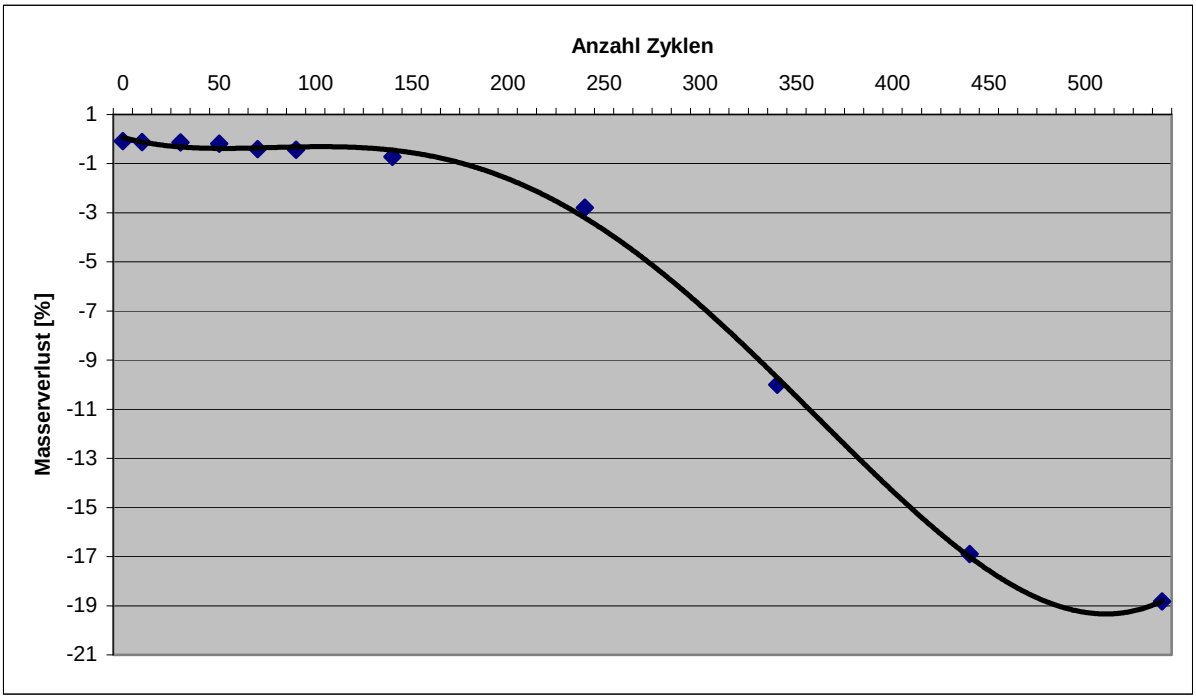


Abbildung 32: Masseänderung IN713LC (voroxidiert 1000°C, 10h, Luft) unter Thermoschockbedingungen

2.1.3.1.4 Diskussion & Zusammenfassung

Ausgehend von AP 1.1 war das Ziel, mittels modifizierter Werkstoffe zu verbesserten Hochtemperatureigenschaften zu kommen. Dazu wurden folgende Maßnahmen ergriffen:

- Optimierung des Entbinderungsregimes
- Verwendung von Ausgangspulvern mit wesentlich verringerten Verunreinigungsgehalten

Mittels des FTIR-Verfahrens wurde eine signifikante Reduzierung der Verunreinigungsgehalte erreicht, so dass die Werte im Bereich des jeweiligen Ausgangspulvers sind. In der Mikrostruktur sind nur noch sehr geringe Gehalte an Karbiden detektiert worden. Die mechanischen Kennwerte im Zugversuch haben sich für beide Werkstoffe erhöht, wobei die Verbesserung für U720 stärker

ausfällt als für IN713. Beide Legierungen sind damit im Bereich der bisher angewandten Fertigungsverfahren angekommen

Die Oxidationsbeständigkeit wurde mit Thermogravimetrie und im Thermoschock geprüft. IN713 ist bis 1000°C sehr gut, bei 1100°C eingeschränkt beständig an Luft. U720 sollte an im Wesentlichen oxidierenden Atmosphären nur unterhalb von 1000°C eingesetzt werden. Unter Thermoschockbedingungen versagt der Oxidationsschutz bei IN713 temporär, eine Repassivierung ist aber auch unter den gewählten extremen Bedingungen möglich.

2.1.3.2 Neue Werkstoffe (Fe-Basis)

Neben den Ni-Basis-Superlegierungen gibt es auch Hochtemperaturwerkstoffe im Fe-Basis-Bereich. Die bekannteste Klasse sind die so genannten „Fecralloys". Es handelt sich um Werkstoffe des Elementsystems Fe-Cr-Al. Eine Standardzusammensetzung ist Fe-20Cr-(5…6)Al (alle Werte in Masseprozent), die bspw. kommerziell unter dem Markennamen Kanthal APM vertrieben wird. Dieser Werkstoff zeichnet sich durch eine außerordentlich gute Korrosionsbeständigkeit aus, da er unter oxidierenden Bedingungen eine Al_2O_3-Schutzschicht bildet. Allerdings ist die mechanische Beständigkeit (speziell im Vergleich zu Ni-Basis-Legierungen) als gering einzustufen, da es in diesem System keine ausscheidungshärtenden Werkstoffe gibt. Deshalb wurde eine zweite Klasse von Werkstoffen entwickelt und untersucht. Diese werden als ODS-Legierungen (ODS = „oxide dispersion strenghtened", oxiddispersionsverstärkt) bezeichnet. Ihre Hochtemperaturfestigkeit, insbesondere die Kriechfestigkeit, wird durch die Zugabe von Dispersoiden aus Oxidkeramiken (Y_2O_3, Al_2O_3) erreicht, welche die Versetzungsbewegung auch bei erhöhter Temperatur signifikant behindern. Die Zugabe erfolgt über einen Mahlprozess, das so genannte mechanische Legieren. Nachfolgend erfolgt die Fertigung von Halbzeugen über Strangpressen oder heißisostatisches Pressen. Die bekanntesten Markennamen sind PM 2000 oder MAR956, bei denen der o.g. Fe-Cr-Al Werkstoff mit Y_2O_3 verstärkt wird. Diese Werkstoffe sind derzeit jedoch nicht am Markt erhältlich, was auf die hohen Produktionskosten zurück zu führen ist. Da MIM eine Kostenersparnis speziell bei hohen Stückzahlen verspricht, wäre eine Kombination dieser Werkstoffe mit dem endformnahen Fertigungsverfahren eine viel versprechende Kombination. Im Projekt wurde deshalb untersucht, inwiefern eine Prozesskette möglich ist.

2.1.3.2.1 Problemstellung

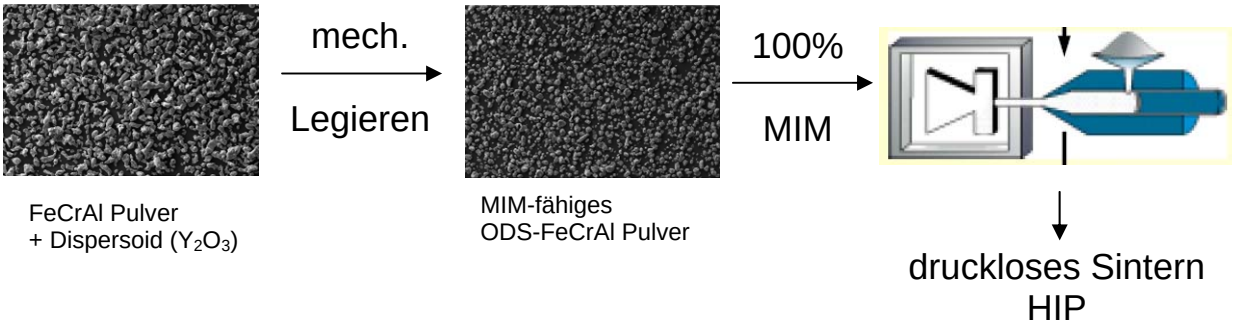


Abbildung 33: Prozessroute zur Herstellung eines ODS-MIM Bauteils

Die angestrebte Prozessroute ist in Abbildung 33 zu sehen. Es ergeben sich zwei wesentliche Problemstellungen:

(a) die Herstellung eines MIM-fähigen Pulvers

(b) das Erreichen einer ausreichenden Verdichtung (≥ 94% der theoretischen Dichte) über druckloses Sintern

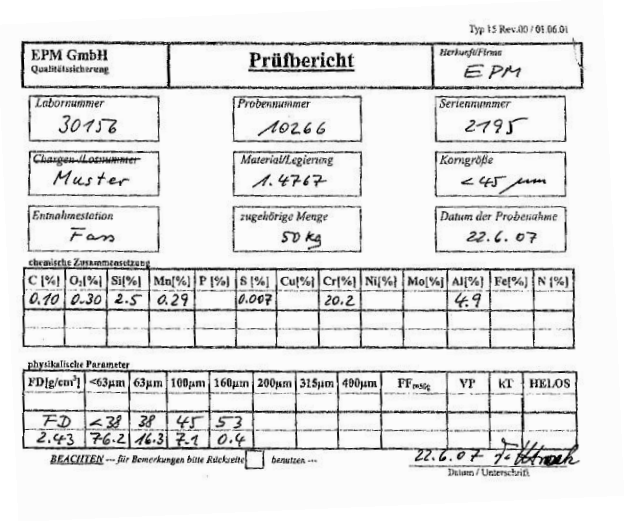
Auf beide Punkte wird im Weiteren detailliert eingegangen.

2.1.3.2.2 Pulverherstellung

Um ein über MIM verarbeitbares Pulver zu erhalten, müssen Partikelgrößenverteilung (PGV) und Partikelform gezielt eingestellt werden. Ideal ist eine PGV mit d_{90} < 25µm und eine sphärische Partikelform. Abweichungen sind möglich, führen aber zu einer höheren benötigten Bindermenge und damit zu einer höheren Porosität des Braunteils.

Vom Partner des Wachstumskerns EPM wurde ein FeCrAl-Pulver geliefert. Die Basisdaten sind in Abbildung 34 zusammengefasst. Die Mahlung erfolgte in einer Planetenkugelmühle mit folgenden Parametern:

- Zugabe 0,5M% Y_2O_3 (60 nm)
- Stahlkugeln (10 mm), Verhältnis (Masse) Pulver zu Mahlkugeln 1:10
- Einwaage Pulver je Mahltopf: 200g
- Mahlgeschwindigkeit: 190 U/min



EPM GmbH
Qualitätssicherung

Prüfbericht

Herkunft/Firma: EPM

Labornummer	Probennummer	Seriennummer
30158	10266	2795
Chargen-/Lotnummer: Muster	Material/Legierung: 1.4767	Korngröße: < 45 µm
Entnahmestation: Fan	zugehörige Menge: 50 kg	Datum der Probenahme: 22.6.07

chemische Zusammensetzung

C [%]	O₂ [%]	Si [%]	Mn [%]	P [%]	S [%]	Cu [%]	Cr [%]	Ni [%]	Mo [%]	Al [%]	Fe [%]	N [%]
0.10	0.30	2.5	0.29		0.007		20.2			4.9		

physikalische Parameter

FD [g/cm³]	<63µm	63µm	100µm	160µm	200µm	315µm	400µm	PF_{ms6}	VP	kT	HELOS
FD	< 38	38	45	53							
2.43	76.2	16.3	7.1	0.4							

BEACHTEN — für Bemerkungen bitte Rückseite ☐ benutzen —

22.6.07 Datum / Unterschrift

d_{10} = 21,5 µm

d_{50} = 37,7 µm

d_{90} = 64,3 µm

Abbildung 34: Eigenschaften FeCrAl-Pulver EPM

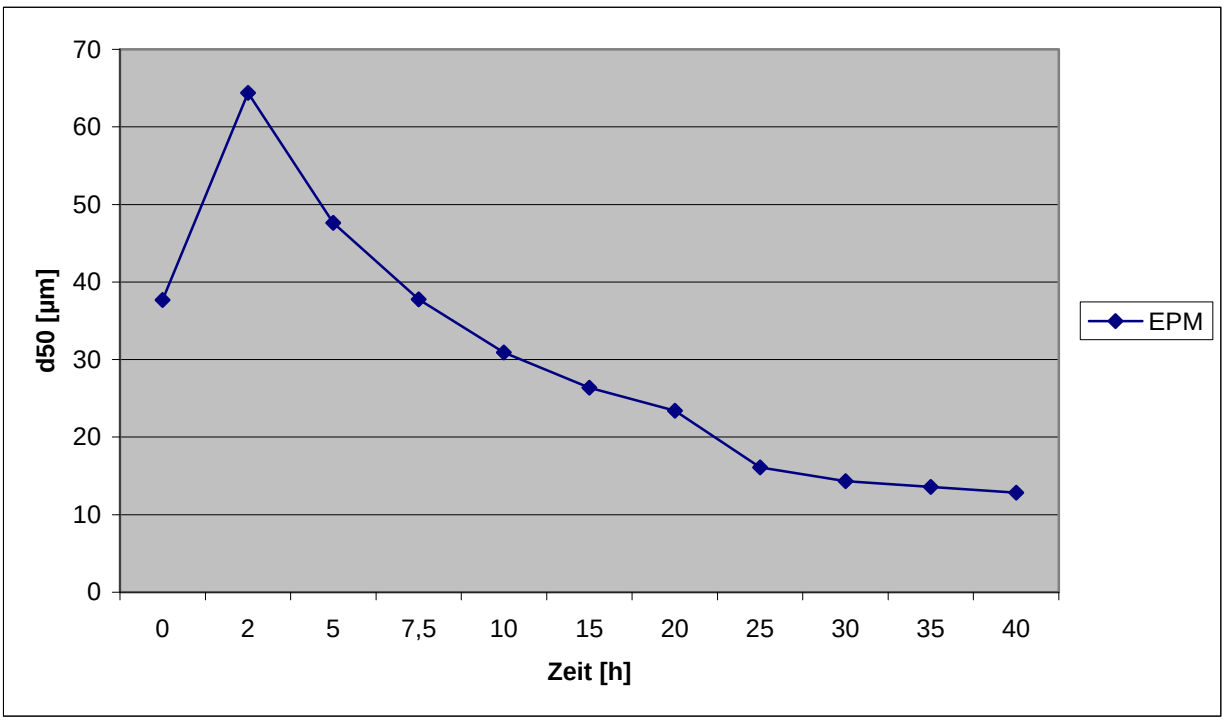


Abbildung 35: Entwicklung der Partikelgröße mit der Mahldauer

Es wurde die Mahldauer variiert. Nach verschiedenen Zeiten wurde die Partikelgrößenverteilung gemessen. In Abbildung 35 ist die Entwicklung der mittleren Partikelgröße über der Mahldauer aufgetragen. Für geringer Mahldauern bis zu 2 Stunden kommt es zu einer Vergröberung infolge von Verscheißungsvorgängen. Danach setzt eine Partikelfeinung ein, die für Mahldauern > 25 Stunden in einen stationären Bereich führt. Nach 30 Stunden ist die PGV wie folgt: d_{10} = 7,9µm, d_{50} = 14,3µm, d_{90} = 26µm.

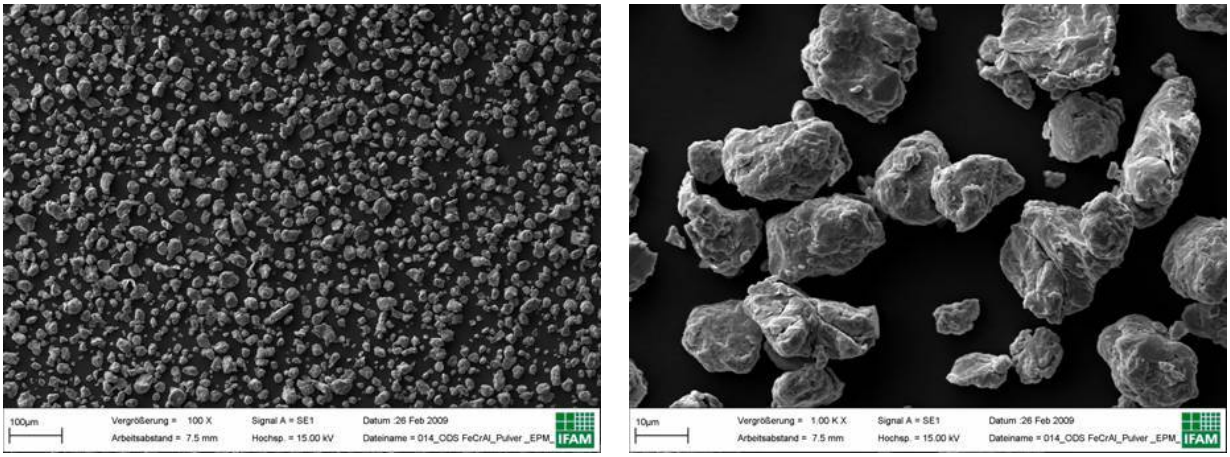


Abbildung 36: Pulvermorphologie ODS-FeCrAl nach Mahldauer 30h

REM-Aufnahmen des gemahlenen Pulvers sind in Abbildung 36 zu sehen. Die Morphologie der Pulverpartikel ist elliptisch bis rund. Die Partikel sind an den Rändern abgerundet.

Die Ergebnisse der Mahlversuche sahen sehr viel versprechend aus, was die Verarbeitung einer ODS-FeCrAl-Legierung über MIM betrifft. Sowohl die Partikelgrößenverteilung als auch die Pulvermorphologie sind zwar nicht ideal für MIM, aber sehr nahe an den Idealwerten. Es wurde im Projektverlauf ca. 10kg eines solchen Pulvers produziert und an SST geliefert. Es war möglich, dieses Pulver zu 100% über den MIM-Prozess zu verarbeiten. Allerdings waren dafür leicht erhöhte Bindergehalte notwendig.

2.1.3.2.3 Wärmebehandlung

Entbinderung

Es kam wie bei den Ni-Basis-Legierungen die FTIR-Analyse zum Einsatz (siehe Kapitel 2.1.3.1.2). Die Verunreinigungsgehalte sind in Tabelle 13 zusammengefasst. Auch bei diesem Werkstoff ist es möglich die CNO-Gehalte im Vergleich zur Standard-Entbinderung wesentlich abzusenken.

Legierung	C [%]	N [%]	O [%]
ODS-FeCrAl Pulver (MA)		0,515	0,69
ODS-FeCrAl (Standard)	0,145	0,248	0,889
ODS FeCrAl (optimiert)	0,089	0,183	0,568

Tabelle 13: Verunreinigungsgehalte ODS-FeCrAl

Sintern

Die Versuche gestalteten sich sehr aufwendig, weil reproduzierbare Ergebnisse nur schwer zu erreichen waren. Die Zusammenfassung der wichtigsten Tests ist in Tabelle 14 zu sehen (insgesamt wurden mehr als 30 Sintertests durchgeführt und ca. 100 Proben verbraucht). Probe 1 war aus der ersten Serie von Proben. Es wurde weiteres Pulver gemahlen, dass in einer zweiten Testserie zu MIM-Zugstäben verarbeitet wurde (Proben 2 – 13). Es wurde zuerst ein Einfluss des Ofens festgestellt: wenn das Ofenvolumen im Vergleich zu den Proben sehr groß ist, sind die Sinterergebnisse schlechter als bei kleineren Volumina (Proben 5 - 10: großer Ofen; Proben 11 – 13: kleiner Ofen). Es wird vermutet, dass der Werkstoff aufgrund der hohen Reaktivität von Chrom und Aluminium Verunreinigungen aus der Ofenumgebung aufnimmt (Vergleich Proben 5 & 11, 10 & 12). Weiterhin hat das Entbinderungsregime Einfluss auf die Sinterung. Es wurden deshalb 3 verschiedene Routen getestet:

- FTIR 1 (nur bis 650°C, Ar)

- FTIR 2 (bis 650°C unter Ar, dann bis 1000°C unter H_2)

- Standard (bis 1000°C unter H_2)

Es zeigt sich, dass die Standardentbinderung bei dieser Probenserie zu den geringsten Verunreinigungsgehalten führt (Vergleich Proben 2, 3, 4). Dies steht im Widerspruch zu den bisherigen Ergebnissen. Auch sind die Verunreinigungsgehalte der FTIR-Entbinderungen zwischen den Probenserien unterschiedlich (Vergleich Probe 1 mit Proben 2, 4). Es ist hier also ein Einfluss der Probenserie festzustellen, der sowohl im Pulver (d.h. den Mahlungen) und/oder im MIM-Prozess (Binder, Feedstock, Entbinderung) begründet sein kann. Die Sinterung selbst ändert diese generellen Tendenzen nicht mehr (Vergleich Probe 6 & 8, 12 & 13). Eine Erhöhung der Sintertemperatur ändert die Sinterdichte für den großen Ofen nicht (Proben 5, 6, 7), für den kleineren Ofen lagen nicht genug Daten vor. Die erreichten Sinterdichten sind für die meisten Parameter nicht ausreichend. Lediglich für zwei Tests (Proben 11 & 12) wurden Werte erreicht, die in der Nähe des Schwellwertes 94% sind.

lfd. Nr.	C [%]	N [%]	O [%]	Bemerkungen	Dichte [%]
1	0,089	0,183	0,568	benchmark FTIR (entbindert)	
2	0,286	0,07	0,607	MIM-Zugstab entb.: FTIR, Ar bis 650°C (siehe AA WB vom 11.02.11)	
3	0,145	0,068	0,555	MIM-Zugstab entb.:H2 bis 1000°C (siehe AA WB vom 11.02.11)	
4	0,199	0,083	0,586	MIM-Zugstab entb.: FTIR, Ar bis 650°C, danach H2 bis 1000°C (1h HZ) (siehe AA WB vom 11.02.11)	
5	0,153	0,053	0,564	MIM-Zugstab entb.: FTIR, Ar bis 650°C, danach H2 bis 1000°C (1h HZ) sint: 1320°C, 3h, HV	84,3
6	0,175	0,087	0,74	MIM-Zugstab entb.: FTIR, Ar bis 650°C, danach H2 bis 1000°C (1h HZ) sint: 1330°C, 3h, HV	84
7	0,144	0,017	0,838	MIM-Zugstab entb.: FTIR, Ar bis 650°C, danach H2 bis 1000°C (1h HZ) sint: 1340°C, 3h, HV	81,3
8	0,074			MIM-Zugstab entb.:H2 bis 1000°C sint: 1330°C, 3h, HV (Wiederholungsfahrt)	87
9	0,103	0,028	0,607	MIM-Zugstab entb.: H2 bis 1000°C sint: 1340°C, 3h, HV	84
10	0,054	0,013	0,476	MIM-Zugstab entb.:H2 bis 1000°C sint: 1350°C, 3h, HV	84,4
11	0,042	0	0,497	MIM-Zugstab entb.: FTIR, Ar bis 650°C, danach H2 bis 1000°C (1h HZ) sint: 1330°C, 3h, HV (Wiederholungsfahrt - **TT Ofen**)	91
12		0,047	0,66	MIM-Zugstab entb.:H2 bis 1000°C sint: 1350°C, 3h, HV **(TT Ofen)**	92,8
13		0,062	0,63	MIM-Zugstab entb.: FTIR, Ar bis 650°C, danach H2 bis 1000°C (1h HZ) sint: 1350°C, 3h, HV **(TT Ofen)**	81,4

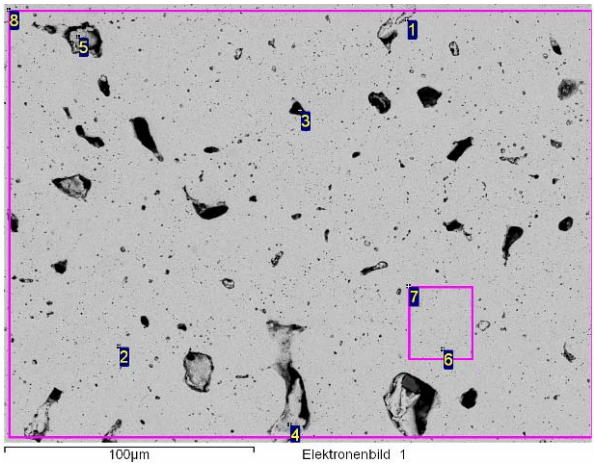
Tabelle 14: Zusammenfassung Charakterisierung ODS-FeCrAl (Dichtebestimmung erfolgte nach dem archimedischen Prinzip)

2.1.3.2.4 Charakterisierung

An einer der gesinterten Proben (Tabelle 14, Probe 12) wurde eine erste Charakterisierung vorgenommen. Diese beinhaltete folgende Untersuchungen:

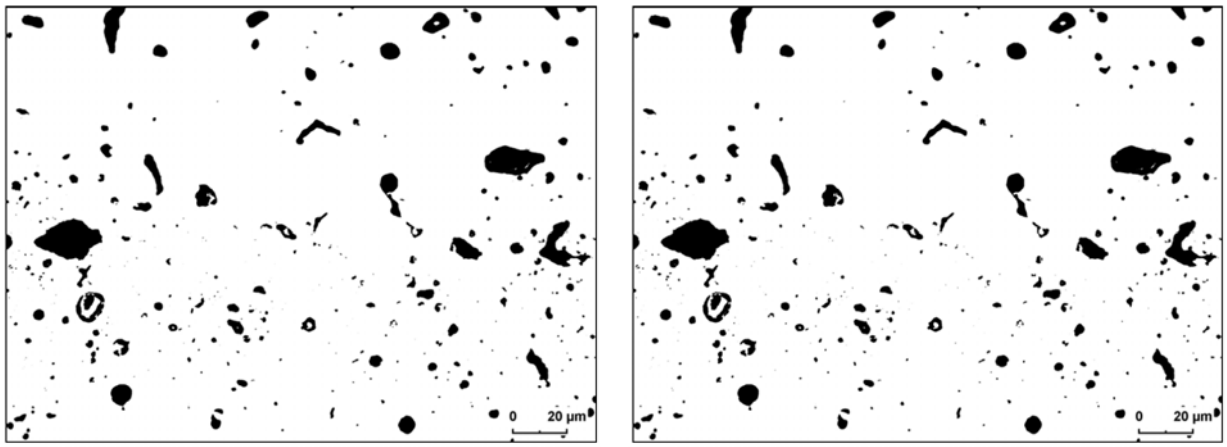
- Mikrostruktur
- Härte

Dazu wurde aus der Mitte des Zugstabs ein Zylinder geschnitten und präpariert. Am metallographischen Schliff wurde keine Ätzung vorgenommen



	O	Al	Si	Cr	Mn	Fe
1	10.97	19.61	2.65	15.35		51.42
2	1.20	5.22	3.35	20.52		69.71
3		4.45	3.31	21.28		70.96
4	3.39	4.71	3.48	20.26		68.16
5	7.06	2.50	3.45	45.55		41.44
6		4.63	3.45	20.34	0.84	70.75
7	1.54	4.99	3.21	20.50		69.76
8	2.26	5.47	3.49	20.26		68.52

Abbildung 37: Mikrostruktur ODS-FeCrAl



Rand (Porosität: 6,5%) Mitte (Porosität: 7,5%)

Abbildung 38: Porosität ODS-FeCrAl

Die Mikrostruktur an einer Position in der Probenmitte ist in Abbildung 37 zu sehen. Das Material ist einphasig. Die Y_2O_3-Ausscheidungen sind zu klein (30 – 50 nm) um sie mittels REM sichtbar zu machen. Es sind noch Poren als auch o-

xidische Einschlüsse (Punkte 1 & 5) zu erkennen. Der gemessene Sauerstoff könnte ein Indiz dafür sein, dass trotz Sintern im Hochvakuum noch Sauerstoff aus der Ofenkammer aufgenommen wurde.

Weiterhin wurde die Porosität gemessen, um einen Vergleich mit der archimedisch ermittelten Dichte zu haben. Die Ergebnisse sind in Abbildung 38 zu sehen. Die Porosität wurde als Mittelwert von vier Bildern bestimmt. Es ergibt sich damit eine Dichte von 92,5 – 93,5%, was sehr gut mit dem Wert aus Tabelle 14 übereinstimmt.

Am metallographischen Schliff wurde die Härte (HV 10) bestimmt. An jeweils 3 Positionen in der Probenmitte und am –rand wurden Härteeindrücke gemacht. Es wurden Mittelwerte von 278 HV 10 (Mitte) und 281 HV 10 (Rand) ermittelt. Im Vergleich mit PM 2000 [22] werden schon mit diesem Probenzustand dieselben Härtewerte erreicht. Eine weitere Verbesserung der Technologie sollte also zu einer weiteren Erhöhung führen.

2.1.3.2.5 Zusammenfassung & Ausblick

Es wurde die Idee einer Technologie entwickelt um ODS-Werkstoffe über das MIM-Verfahren herzustellen. Es wurde nachgewiesen, dass über Hochenergiemahlen ein in Bezug auf Partikelgrößenverteilung und –form MIM-fähiges ODS-Pulver produziert werden kann. Im Lauf des Projektes wurden ca. 10kg dieses Pulvers am IFAM hergestellt. Das Pulver wurde zu 100% über MIM verarbeitet. An Zugstäben wurden Versuche zur Wärmebehandlung durchgeführt. Dabei zeigte sich, dass mehrere Einflussfaktoren das Sinterergebnis bestimmen. Deshalb war es im Verlauf des Projektes nicht möglich, eine größere Serie von Proben für die weitere Charakterisierung herzustellen. Eine erste grundlegende Untersuchung einer Probe, die nahe 94% Sinterdichte hatte, ergab Härtewerte, die in der Region des Werkstoffs PM 2000 liegen.

Ausgehend von den bisher erzielten Ergebnissen lassen sich die zukünftigen Problemstellungen wie folgt zusammenfassen:

- Erhöhung der Sinterdichte bis zumindest 94%
- Erzielen von reproduzierbaren Sinterergebnissen
- Optimierung der Pulvereigenschaften (Partikelgrößenverteilung und –form)

Letzteres Problem hat einen direkten Einfluss auf den Sinterprozess, da bspw. durch ein feinkörnigeres Pulver die Sinteraktivität erhöht werden kann und durch eine verbesserte Pulvermorphologie die benötigte Bindermenge reduziert und damit die Braundichte erhöht werden kann. Mögliche Maßnahmen zur Optimierung der Pulvereigenschaften können sein:

- Verwendung feinkörnigerer Ausgangspulver (hierbei ist jedoch zu beachten, dass ab einer bestimmten kleineren PGV Verschweißungsvorgänge

u.U. stärker auftreten können und eine höhere Kornfeinung nicht möglich wird)

- intensivere Mahlung (Erhöhung von Umdrehungsgeschwindigkeit, Verhältnis Pulver / Mahlkugel)

Weitere mögliche Maßnahmen zur Erhöhung der Sinterdichte sind die Zugabe von Sinterhilfsmitteln (z.B. Bor) und die weitere Erhöhung der Sintertemperatur.

Das Erzielen reproduzierbarer Sinterergebnisse wird aufgrund der vielen Einflussfaktoren die größte Herausforderung darstellen. Es sind dafür systematische Untersuchungen aller Prozessschritte notwendig

2.1.4 Demonstrator

Vom Projektpartner SST wurden Demonstratorbauteile aus dem Werkstoff IN713LC hergestellt. Abbildung 39 zeigt das Bauteil im Zustand nach dem Spritzguss (links), nach der Entbinderung (Mitte) und nach dem Sintern (rechts). Eine grundlegende Charakterisierung (Dichte, Mikrostruktur, Verunreinigungen, Korrosionsbeständigkeit) konnte im Verlauf des Projektes nicht mehr durchgeführt werden, ist aber Bestandteil der weiteren Kooperation.

Abbildung 39: Demonstrator MIM-Turbinenrad

2.2 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die wesentlichen Positionen des Vorhabens bestanden in Personalkosten, die in Übereinstimmung mit den vorgesehenen Planungen und mit den entsprechend qualifizierten Mitarbeitern angefallen sind. Es wurde zwischenzeitlich aufgrund der erhöhten und erforderlichen Reisetätigkeit innerhalb des Verbundprojektes eine Umwidmung geplanter Personalkosten in Höhe von 1700 Euro in Reisekosten vorgenommen. Mittel für Material- und Verbrauchskosten wurden wie geplant verwendet.

2.3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die Institute der Fraunhofer-Gesellschaft verfügen nur über eine geringe institutionelle Förderung, die nur für Grundlagenvorentwicklungen eingesetzt werden kann. Die im Projekt bearbeitete Werkstoffentwicklung war in weiten Teilen wissenschaftliches Neuland und mit einem hohen Entwicklungsrisiko behaftet. Die Verarbeitung hoch aluminiumhaltiger Ni-Basis-Legierungen über MIM war zum Projektbeginn nur aus sehr wenigen Veröffentlichungen bekannt. Eine Fertigung dispersionsverfestigter Werkstoffe über MIM war nicht bekannt. Erst die Förderung hat eine systematische Herangehensweise an diese Thematik ermöglicht. Eine in dieser Breite erfolgte Testarbeit (insbesondere Wärmebehandlung und Bestimmung von Hochtemperatureigenschaften), die mit derzeit erhältlichen Pulvern begann und zu modifizierten als auch neuen Werkstoffen führte, wäre sonst nicht möglich gewesen. Aus diesen genannten Gründen wären die notwendigen Entwicklungen nicht aus eigenen Mitteln bestreitbar gewesen.

Die geleisteten Arbeiten waren daher aus unserer Sicht in jeder Hinsicht notwendig und angemessen.

2.4 Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

Die Projektergebnisse des IFAM dienen als Grundlage für weitere Forschungsprojekte. Die in öffentlich geförderten Projekten erarbeiteten Ergebnisse sind für das IFAM ein wichtiger Zwischenschritt auf dem Weg von grundlagenorientierten Arbeiten zur konkreten Umsetzung in die Praxis (Technologietransfer).Gerade diese Ergebnisse bilden die Basis für weitere Aufträge aus der Wirtschaft zur konkreten Umsetzung in neue Produkte oder Verfahren.

Wirtschaftliche Aspekte: die im Teilprojekt erreichten Ergebnisse führten zu einer auch außerhalb des Wachstumskerns verstärkten Wahrnehmung der Kompetenz Hochtemperaturwerkstoffe, insbesondere in Verbindung mit der MIM-Technologie. Insbesondere für die ODS-Werkstoffe besteht ein Wissensvorsprung als auch Alleinstellungsmerkmal (Patent), was sowohl für zukünftige Projekte als auch Lizenzeinnahmen sorgen kann und damit zu einer Erhöhung der Erträge des Instituts führt. Derzeit läuft die Beantragung eines Projektes zu ODS-MIM-Werkstoffen in Turbinen, in dem sowohl KMUs als auch Großunternehmen wie RollsRoyce, MTU und Siemens involviert sind.

Wissenschaftliche und technische Aspekte: die wissenschaftlichen und wirtschaftlichen Erfolgsaussichten sind bei der FhG eng verknüpft. Das Einfließen der Ergebnisse in die Akquisition neuer Projekte wird angestrebt. Gleichzeitig ist zu erkennen, dass die Dispersionsverstärkung auch bei Ni-Basis-Legierungen zur Anwendung kommen könnte und damit das Betriebsfenster möglicherweise erweitert werden kann.

2.5 Bekannt gewordener Fortschritts auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Die in der oben beschriebenen Literatur-/Patentrecherche gefundenen Publikationen und Informationen wurden ausgewertet, und die Erkenntnisse wurden in die laufenden Arbeiten einbezogen. Weitere relevante F/E-Ergebnisse von Dritten liegen nicht vor.

2.6 Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses

Die Ergebnisse des Projekts wurden bzw. werden auf folgenden Tagungen vorgestellt:

- B. Klöden, U. Jehring, T. Weißgärber, B. Kieback, High-temperature properties of MIM-processes superalloys, WorldPM 2010, Florenz, 12.10.2010

- B. Klöden, Fabrication of a Ni- and Fe-based superalloy by MIM and their properties, WorldPM 2012, Yokohama

Die Ergebnisse des Projektes wurden in folgenden Zeitschriften veröffentlicht:

- B. Klöden, U. Jehring, T. Weißgärber, B. Kieback, High-temperature properties of MIM-processes superalloys, Proceedings WorldPM 2010, Florenz

- B. Klöden, U. Jehring, T. Weißgärber, B. Kieback, High-temperature properties of MIM-processes superalloys, PIM International 4, 4 (2010), 60-64

4 Kurzfassung

4.1 Derzeitiger Stand von Wissenschaft und Technik

Das potentielle Marktvolumen und das Interesse der Kunden an Produkten, die endformnah über das MIM-Verfahren gefertigte Teile für heißgaskorrosionsbeständige Anwendungen zum Einsatz bringen möchten, wachsen ständig. Aufbauend auf den Erfahrungen beim Einsatz der aktuellen MIM-Serienteile sind für den Markt zukünftig insbesondere Anwendungen im Einsatzbereich oberhalb 850°C bis 1100°C von Interesse. Das betrifft konkret Teile für Turbolader für Benzinmotoren und Triebwerkskomponenten im entsprechenden höheren Temperaturbereich. Diese Werkstoffklasse war jedoch dem MIM-Verfahren vorenthalten.

Zwar gibt es eine Reihe von Materialien, die für den Einsatz unter hohen Temperaturen (größer 850°C) und korrosiven Medien (z.B. Abgas von Verbrennungsmotoren) entwickelt wurden. Die Heißgaskorrosionsbeständigkeit dieser Werkstoffe wird i.a. durch Legierungselemente erzielt, die auf der Bauteiloberfläche fest haftende Oxidschichten erzeugen sowie durch Bildung temperaturbeständiger Karbide eine hinreichende Festigkeit der Werkstoffmatrix erzeugen. [3,4] Insbesondere die Oxidschichten verhindern jedoch die Werkstoffherstellung über das MIM-Verfahren, da sie den Sinter-vorgang zwischen den Partikeln be- oder vollständig verhindern.

4.2 Begründung/Zielsetzung der Untersuchung

Mit der Entwicklung von Werkstoffen für Einsatztemperaturen > 850°C, die über das MIM-Verfahren verarbeitbar sind, können neue Anwendungsfelder erschlossen werden. Konkret haben sich die Partner im Verbundvorhaben „Neue MIM-Werkstoffe“ innerhalb des Wachstumskerns „Thale PM“ folgende Ziele gesetzt:

- Entwicklung von heißgaskorrosionsbeständigen Werkstoffen im Temperaturbereich bis 1100°C

- Prozesssichere Verarbeitung dieser Werkstoffe zu endformnahen, komplexen Bauteilen über das MIM-Verfahren (pulvermetallurgisches Spritzgießen)

- Erweiterung der Formgebungsmöglichkeiten und Erhöhung der Prozesssicherheit im MIM-Verfahren

Parallel dazu sind verfahrenstechnische Fragen wie z.B. die Verarbeitung von Metallpulvern, die über preiswertere Fertigungstechnologien hergestellt wurden, die Senkung des Werkzeugverschleißes oder Erweiterung der Formgebungsmöglichkeiten einer Klärung zuzuführen.

4.3 Methode

Es wurden Ni- und Fe-Basis-Werkstoffe identifiziert, die bisher über das MIM-Verfahren nicht hergestellt werden. Beginnend mit konventionellen Hochtemperaturwerkstoffen wurde die Technologieentwicklung mit den Schwerpunkten Wärmebehandlung und Charakterisierung durchgeführt. Mit der Option modifizierter bzw. neuer Werkstoffe wurde die Entwicklung fortgesetzt.

4.4 Ergebnis

Es wurde gezeigt, dass hoch Al-haltige ausscheidungshärtende Ni-Basis-Legierungen als MIM-Zugstäbe als auch als Demonstrator (Turbinenrad für Turbolader) hergestellt werden können. Die Hochtemperatureigenschaften (mechanisch, Oxidation) lassen eine Anwendungstemperatur > 850°C zu. Die mechanischen Kennwerte lassen eine gute Wettbewerbsfähigkeit insbesondere mit konkurrierenden Fertigungsverfahren erwarten. Als neue Werkstoffklasse wurden ODS-Werkstoffe eingeführt. Eine im Verlauf des Projektes patentierte Produktionsroute wurde entwickelt und geprüft. Es wurde nachgewiesen, dass ein MIM-fähiges ODS-Pulver über Hochenergiemahlen hergestellt und zu 100% über MIM verarbeitet werden kann. Die Wärmebehandlung gestaltete sich sehr aufwendig und es konnten nur einzelne Proben mit ausreichend hoher Sinterdichte hergestellt werden. Die Härte einer dieser Proben ist vergleichbar zum Stand der Technik. Zukünftig besteht für diese Werkstoffe noch verstärkter Entwicklungsbedarf.

4.5 Schlussfolgerung / Anwendungsmöglichkeit

Die Ergebnisse des Projektes zeigen, dass Hochtemperaturwerkstoffe mit Anwendungstemperaturen > 850°C über MIM verarbeitet werden können. Damit ergibt sich für die beteiligten Industriepartner eine wesentlich Erweiterung der Anwendungsmöglichkeiten. Ein Wissensvorsprung wurde insbesondere bei den ODS-Werkstoffen erarbeitet. Diese Erkenntnisse werden in zukünftige Projekte einfließen. Es erscheint damit auch möglich, andere Hochtemperaturwerkstoffe über das MIM-Verfahren zu verarbeiten. Anwendungsmöglichkeiten werden derzeit vor allem in Turboladern für Ottomotoren und in stationären Turbinen bzw. Triebwerken gesehen.

5 Literatur

[1] Werkstoff-Datenblatt 1.4841 (http://www.edelstahl-service-center.de/liefer/pdf/1.4841.pdf)

[2] K.O. Hance, „Effects of water vapour on the oxidation behaviour of alumina and chromia forming superalloys at temperatures between 700°C and 1000°C“, PhD thesis, University of Pittsburgh, 2005

[3] L. Ma, Micron 35 (2004), 273 - 279

[4] Special Metals Datenblatt (http://www.specialmetals.com/documents/Incoloy%20alloy%20MA956.pdf)

[5] Special Metals Datenblatt (http://www.specialmetals.com/documents/Incoloy%20alloy%20MA956.pdf)

[6] N.S. Stoloff, V.K. Sikka, „Physical Metallurgy and processing of intermetallic compounds“, Chapman & Hall, 1996

[7] H.J. Grabke, Intermetallics 7 (1999), 1153-1158

[8] K. Kurokawa , H. Houzumi, I. Saeki, H. Takahashi, Mater. Sci. Eng A 261 (1999), 292-299

[9] H. Wohlfromm, A. Ribbens, J. ter Maat, M. Blömacher, Proceedings EuroPM 2003, Vol. 3, 207

[10] R. Bürgel: Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik, Verlag Vieweg (2001)

[11] Landolt-Börnstein VIII, 2, Kap. 3.2.1

[12] Landolt-Börnstein VIII, 2, Kap. 3.2.2

[13] http://www.zollern.de/fileadmin/Upload_Konzernseite/Downloads/Brochueren/Casting_and_Forging/Feinguss_Vakuum_Legierung.pdf

[14] T. Tetsui, Materials Science and Engineering A 329 – 331 (2002), 582 – 588

[15] K. Mollenhauer, H. Tschöke: Handbuch Dieselmotoren, Springer, 2007, S. 387

[16] L. Sexton, A. Lavin, G. Byrne, A. Kennedy, Journal of Materials Processing Technology 122 (2002), 63 – 68

[17] Special Metals Datenblatt (http://www.specialmetals.com/documents/Udimet%20alloy%20720.pdf)

[18] D.U. Furrer, Materials Design Approaches and Experiences, 2001, 281- 296

[19] D. S. Stolz, Effect of supersolvus heat treatment on the microstructure and mechanical properties of a PM-processed Nickel-base superalloy, Dissertation, University of Florida, 2004

[20] S. Terzi, International Heat Treatment and Surface Engineering 3 (2009), 75

[21] H.J Sharpe, Dissertation, Georgia Institute of Technology, 2007

[22] http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=21e9ec9a0de24b47bcf69ab11c375567&ckck=1

6 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: geplanter Projektablauf 5
Tabelle 2: Arbeitspakete IFAM 7
Tabelle 3: Klassen von Hochtemperaturwerkstoffen, geordnet nach Anwendungstemperatur [10] 9
Tabelle 4: Zusammensetzung von Inconel 713C und Udimet720 (Hauptelemente, alle Angaben in Masseprozent) 10
Tabelle 5: Sinterparameter für Ni-Basis MIM-Werkstoffe (HV = Hochvakuum) 11
Tabelle 6: Verunreinigungsgehalte IN713 & U720 14
Tabelle 7: zusätzliche Prozessschritte nach dem Sintern und deren Prozessparameter (HIP = heißisostatisches Pressen, kapsellos) 15
Tabelle 8: Zusammensetzung von Inconel 713LC und Udimet720Li (Hauptelemente, alle Angaben in Masseprozent) 22
Tabelle 9: CNO-Werte IN713 C & LC (Standard & optimiert nach FTIR) 22
Tabelle 10: CNO-Werte U720 (Standard & optimiert nach FTIR) 22
Tabelle 11: Herstellungsrouten U720Li 25
Tabelle 12: Herstellungsrouten IN 713LC & U 720Li für mechanische Prüfung 27
Tabelle 13: Verunreinigungsgehalte ODS-FeCrAl 41
Tabelle 14: Zusammenfassung Charakterisierung ODS-FeCrAl (Dichtebestimmung erfolgte nach dem archimedischen Prinzip) 43

7 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: gesinterte MPA-Zugstäbe (Legierung IN713C) 11
Abbildung 2: REM-Aufnahme von IN713C 12
Abbildung 3: Elementverteilung IN713C 13
Abbildung 4: Mikrostruktur U720 13
Abbildung 5: Elementverteilung U720 14
Abbildung 6: Hochtemperatur-Zugprobe vor Test (links) und nach Test bei 900°C (rechts) (Werkstoff IN713C) 15
Abbildung 7: mechanische Eigenschaften IN713C (Dehngrenze $R_{p0.2}$ im Zugversuch) 16
Abbildung 8: mechanische Eigenschaften U720 (Dehngrenze $R_{p0.2}$ im Zugversuch) 16
Abbildung 9: Elementverteilung, IN713C, voroxidiert (1000°C, 1h, Luft) 17
Abbildung 10: Elementverteilung, IN713C, voroxidiert (1200°C, 3h, H_2-H_2O) 18
Abbildung 11: Elementverteilung, IN713C, nach Oxidation (900°C, 100h, Luft) 19
Abbildung 12: Elementverteilung, IN713C, nach Oxidation (1000°C, 100h, Luft) 20
Abbildung 13: Elementverteilung, IN713C, nach Oxidation (1100°C, 100h, Luft) 20
Abbildung 14: Übersichtsbilder IN713C nach Oxidation (verschiedene Temperaturen, 100h, Luft)21
Abbildung 15: Mikrostruktur IN 713LC 24
Abbildung 16: Mikrostruktur U720Li 24
Abbildung 17: Klassifizierung von γ'-Ausscheidungen [21] 25
Abbildung 18:Mikrostruktur U720Li nach verschiedenen Schritten und Herstellungsrouten (siehe Tabelle 11) 26
Abbildung 19: mechanische Eigenschaften IN713C im Vergleich zu alternativen Herstellungsverfahren 27
Abbildung 20: Zugfestigkeit IN713 28
Abbildung 21: mechanische Eigenschaften U720Li im Vergleich zu alternativen Herstellungsverfahren 29
Abbildung 22: Zugfestigkeit U720 29
Abbildung 23: zeitabhängige Masseänderung: nicht schützend (linear), schützend (parabolisch), zuerst schützend, im weiteren Verlauf nicht schützend („breakaway oxidation“) 31
Abbildung 24: Masseänderung IN713LC an Luft 32
Abbildung 25: Masseänderung U720Li an Luft 33
Abbildung 26: Elementverteilung IN713LC (oxidiert 1000°C, 500h, Sinterzustand) 33
Abbildung 27: Elementverteilung IN713LC (oxidiert 1100°C, 200h, Sinterzustand) 34
Abbildung 28: Übersichtsbilder Probenoberfläche IN713LC (oxidiert 1100°C, 200h, Luft) 34
Abbildung 29: Elementverteilung U720Li (oxidiert 1000°C, 500h, Sinterzustand) 35
Abbildung 30: Elementverteilung U720Li (oxidiert 1100°C, 200h, Sinterzustand) 35
Abbildung 31: Versuchsaufbau Thermoschock (links), Probenoberfläche nach 350 Zyklen (rechts)36
Abbildung 32: Masseänderung IN713LC (voroxidiert 1000°C, 10h, Luft) unter Thermoschockbedingungen 37
Abbildung 33: Prozessroute zur Herstellung eines ODS-MIM Bauteils 39
Abbildung 34: Eigenschaften FeCrAl-Pulver EPM 40
Abbildung 35: Entwicklung der Partikelgröße mit der Mahldauer 40
Abbildung 36: Pulvermorphologie ODS-FeCrAl nach Mahldauer 30h 41
Abbildung 37: Mikrostruktur ODS-FeCrAl 44
Abbildung 38: Porosität ODS-FeCrAl 44

Abbildung 39: Demonstrator MIM-Turbinenrad 46

Berichtsblatt

1. ISBN oder ISSN	2. Berichtsart (Schlussbericht oder Veröffentlichung) Schlussbericht
3. Titel Abschlussbericht zum Wachstumskern ThalePM Verbundprojekt 3: Neue MIM-Werkstoffe Teilprojekt 4: Entwicklung neuer über das MIM-Verfahren verarbeitbarer heißgaskorrosionsbeständiger Werkstoffe	
4. Autor(en) [Name(n), Vorname(n)] Burghardt Klöden	5. Abschlussdatum des Vorhabens Oktober 2011
	6. Veröffentlichungsdatum geplant
	7. Form der Publikation
8. Durchführende Institution(en) (Name, Adresse) Fraunhofer IFAM Dresden Winterbergstr. 28 01277 Dresden	9. Ber. Nr. Durchführende Institution
	10. Förderkennzeichen 03WKBO03D
	11. Seitenzahl 59
12. Fördernde Institution (Name, Adresse) Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 53170 Bonn	13. Literaturangaben 22
	14. Tabellen 14
	15. Abbildungen 39
16. Zusätzliche Angaben	
17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum)	

18. Kurzfassung

Derzeitiger Stand von Wissenschaft und Technik

Das potentielle Marktvolumen und das Interesse der Kunden an Produkten, die endformnah über das MIM-Verfahren gefertigte Teile für heißgaskorrosionsbeständige Anwendungen zum Einsatz bringen möchten, wachsen ständig. Aufbauend auf den Erfahrungen beim Einsatz der aktuellen MIM-Serienteile sind für den Markt zukünftig insbesondere Anwendungen im Einsatzbereich oberhalb 850°C bis 1100°C von Interesse. Das betrifft konkret Teile für Turbolader für Benzinmotoren und Triebwerkskomponenten im entsprechenden höheren Temperaturbereich. Diese Werkstoffklasse war jedoch dem MIM-Verfahren vorenthalten.
Zwar gibt es eine Reihe von Materialien, die für den Einsatz unter hohen Temperaturen (größer 850°C) und korrosiven Medien (z.B. Abgas von Verbrennungsmotoren) entwickelt wurden. Die Heißgaskorrosionsbeständigkeit dieser Werkstoffe wird i.a. durch Legierungselemente erzielt, die auf der Bauteiloberfläche fest haftende Oxidschichten erzeugen sowie durch Bildung temperaturbeständiger Ausscheidungen eine hinreichende Festigkeit der Werkstoffmatrix erzeugen. Insbesondere die Oxidschichten verhindern jedoch die Werkstoffherstellung über das MIM-Verfahren, da sie den Sintervorgang zwischen den Partikeln be- oder vollständig verhindern.

Begründung/Zielsetzung der Untersuchung

Mit der Entwicklung von Werkstoffen für Einsatztemperaturen > 850°C, die über das MIM-Verfahren verarbeitbar sind, können neue Anwendungsfelder erschlossen werden. Konkret haben sich die Partner im Verbundvorhaben „Neue MIM-Werkstoffe“ innerhalb des Wachstumskerns „Thale PM“ folgende Ziele gesetzt:
- Entwicklung von heißgaskorrosionsbeständigen Werkstoffen im Temperaturbereich bis 1100°C
- Prozesssichere Verarbeitung dieser Werkstoffe zu endformnahen, komplexen Bauteilen über das MIM-Verfahren (pulvermetallurgisches Spritzgießen)
- Erweiterung der Formgebungsmöglichkeiten und Erhöhung der Prozesssicherheit im MIM-Verfahren

Parallel dazu sind verfahrenstechnische Fragen wie z.B. die Verarbeitung von Metallpulvern, die über preiswertere Fertigungstechnologien hergestellt wurden, die Senkung des Werkzeugverschleißes oder Erweiterung der Formgebungsmöglichkeiten einer Klärung zuzuführen.

Methode

Es wurden Ni- und Fe-Basis-Werkstoffe identifiziert, die bisher über das MIM-Verfahren nicht hergestellt werden. Beginnend mit konventionellen Hochtemperaturwerkstoffen wurde die Technologieentwicklung mit den Schwerpunkten Wärmebehandlung und Charakterisierung durchgeführt. Mit der Option modifizierter bzw. neuer Werkstoffe wurde die Entwicklung fortgesetzt.

Ergebnis

Es wurde gezeigt, dass hoch Al-haltige ausscheidungshärtende Ni-Basis-Legierungen als MIM-Zugstäbe als auch als Demonstrator (Turbinenrad für Turbolader) hergestellt werden können. Die Hochtemperatureigenschaften (mechanisch, Oxidation) lassen eine Anwendungstemperatur > 850°C zu. Die mechanischen Kennwerte lassen eine gute Wettbewerbsfähigkeit insbesondere mit konkurrierenden Fertigungsverfahren erwarten. Als neue Werkstoffklasse wurden ODS-Werkstoffe eingeführt. Eine im Verlauf des Projektes patentierte Produktionsroute wurde entwickelt und geprüft. Es wurde nachgewiesen, dass ein MIM-fähiges ODS-Pulver über Hochenergiemahlen hergestellt und zu 100% über MIM verarbeitet werden kann. Die Wärmebehandlung gestaltete sich sehr aufwendig und es konnten nur einzelne Proben mit ausreichend hoher Sinterdichte hergestellt werden. Die Härte einer dieser Proben ist vergleichbar zum Stand der Technik. Zukünftig besteht für diese Werkstoffe noch verstärkter Entwicklungsbedarf.

Schlussfolgerung / Anwendungsmöglichkeit

Die Ergebnisse des Projektes zeigen, dass Hochtemperaturwerkstoffe mit Anwendungstemperaturen > 850°C über MIM verarbeitet werden können. Damit ergibt sich für die beteiligten Industriepartner eine wesentlich Erweiterung der Anwendungsmöglichkeiten. Ein Wissensvorsprung wurde insbesondere bei den ODS-Werkstoffen erarbeitet. Diese Erkenntnisse werden in zukünftige Projekte einfließen. Es erscheint damit auch möglich, andere Hochtemperaturwerkstoffe über das MIM-Verfahren zu verarbeiten. Anwendungsmöglichkeiten werden derzeit vor allem in Turboladern für Ottomotoren und in stationären Turbinen bzw. Triebwerken gesehen.

19. Schlagwörter
MIM, Metallpulverspritzguss, Ni-Basis, Fe-Basis, Superlegierung

20. Verlag	21. Preis

Document Control Sheet

1. ISBN or ISSN	2. type of document (e.g. report, publication) report
3. title Final report for „Wachstumskern ThalePM“ Cooperative project 3: New MIM Alloys Subproject 4: Development of new hot-gas-corrosion-resistant alloys, which can be produced by MIM	
4. author(s) (family name, first name(s)) Burghardt Klöden	5. end of project October 2011
	6. publication date To be published
	7. form of publication
8. performing organization(s) (name, address) Fraunhofer IFAM Dresden Winterbergstr. 28 01277 Dresden Germany	9. originator’s report no.
	10. reference no. 03WKBO03D
	11. no. of pages 59
12. sponsoring agency (name, address) Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) 53170 Bonn	13. no. of references 22
	14. no. of tables 14
	15. no. of figures 39
16. supplementary notes	
17. presented at (title, place, date)	

18. abstract

State of the art

The potential market volume and demand of customers for products, which are corrosion resistant at high service temperatures and can be manufactured by the near-net-shape technique of MIM, is constantly growing. Based on MIM parts, which are currently in operation, service temperatures above 850°C up to 1050°C are of particular interest. This especially applies to parts in turbochargers or turbines. Until the start of this project the MIM process wasn't applied to respective alloys.
There is a variety of materials, which were developed for service at high temperatures and corrosive atmospheres. Hot gas corrosion resistance is achieved by the ability of these alloys to form protective layers, which adhere very well on the metal surface. Furthermore, they contain elements, which form precipitates that lead to increased high-temperature strength. However, the oxide layers, whch are formed on the most oxygen-affine elements, lead to constraints in the sintering process.

Aims

With alloys, which allow operation at temperatures > 850°C and can be produced by MIM, new applications become possible. The partners of the project "New MIM alloys" agreed on the following aims:

- development of hot-corrosion-resistant MIM-processible alloys for temperatures up to 1100°C
- manufacturing of complex near-net-shape parts of these alloys by MIM with good process reliability
- test of new moulding techniques and increase of process safety of MIM

In parallel process-related questions such as cost efficiency of MIM powders and decreasing the wear of the moulds are investigated.

Method

Ni- and Fe-base superalloys were identified, which up to now are not processed by MIM. Starting with conventional alloys the development was done with the focus on heat treatment and characterization. Work was continued with optimized alloys and completely new alloys.

Results

It was shown that high Al-containing precipitation-hardened Ni-base superalloys can be produced as tensile bars and turbine wheels. Based on the high-temperature properties (mechanical, oxidation) a service temperature > 850°C seems possible. Mechanical properties are comparable to those of alternative production routes (HIP, investment casting). ODS alloys were introduced as a class of materials, which is new to MIM. A patented process route was identified and tested. It was shown that a MIM-processible powder can be produced by high-energy milling. The heat treatment was very complex and only a small amount of samples with sufficient density were produced. The hardness of these samples is comparable to the state of the art.

Schlussfolgerung / Anwendungsmöglichkeit

Die Ergebnisse des Projektes zeigen, dass Hochtemperaturwerkstoffe mit Anwendungstemperaturen > 850°C über MIM verarbeitet werden können. Damit ergibt sich für die beteiligten Industriepartner eine wesentlich Erweiterung der Anwendungsmöglichkeiten. Ein Wissensvorsprung wurde insbesondere bei den ODS-Werkstoffen erarbeitet. Diese Erkenntnisse werden in zukünftige Projekte einfließen. Es erscheint damit auch möglich, andere Hochtemperaturwerkstoffe über das MIM-Verfahren zu verarbeiten. Anwendungsmöglichkeiten werden derzeit vor allem in Turboladern für Ottomotoren und in stationären Turbinen bzw. Triebwerken gesehen.

Conclusions

The results of this project show that high-temperature alloys with operation temperatures > 850°C can be processed by MIM. Therefore, the industrial partners of the project are able to expand the range of possible applications. Especially for the ODS alloys there is a competitive advantage. These results will be the basis for future R&D work. It seems possible that also other high-temperature alloys can be processed by MIM. Currently the most promising new applications are turbochargers for gasoline engines and parts in stationary turbines and jet engines.

19. keywords
MIM, metal injection moulding, Ni-base superalloy, ODS alloy

20. publisher	21. price